

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні **кафедри хімії**
Протокол № 1 від 25.08 2020 р.

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Аналіз ґрунту і води”

Лабораторна робота №6

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ФОСФАТ-
ЙОНІВ У ВОДОПРОВІДНИХ ТА ПОВЕРХНЕВИХ ВОДАХ**

Підготувала

доц. Хацевич О.М.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 6

Тема: Спектрофотометричне визначення фосфат-йонів у водопровідних та поверхневих водах.

Мета: освоїти методику визначення фосфат-йонів у поверхневих водах.

Реактиви та обладнання: 10 %-ий розчин аскорбінової кислоти, калію дигідрофосфат, стандартний розчин фосфат-йонів, хлорид стибію; H_2SO_4 конц. (144 см^3), сульфанілова кислота, молібдат амонію, хлорид стибію, калій антимонілтарtrat, розчин хлороформу

Спектрофотометр Ulab 102 UV, набір кювет, мірні колби на 50 см^3 , піпетки, бюретки, мірний циліндр.

1. Приготування розчинів

1.2. *Реактив А.* До 300 см^3 дистильованої води додають при перемішуванні 144 см^3 концентрованої H_2SO_4 . Після охолодження при перемішуванні послідовно доливають розчини 10 г сульфанілової кислоти в 100 см^3 води, 12,5 г молібдату амонію у 200 см^3 дистильованої води, 0,235 г хлориду стибію та 0,6 г винної кислоти (або 0,345 г антимонілтартрату калію) в 100 см^3 води і одержану суміш розбавляють до 1 дм^3 . Реактив зберігають у склянці з темного скла.

1.3. *10 %-ний розчин аскорбінової кислоти.* Розчиняють 10 г аскорбінової кислоти в 90 см^3 дистильованої води.

1.2.3. *Основний розчин ($0,5 \text{ мг/мл PO}_4^{3-}$).* Розчиняють у дистильованій воді 0,7165 г KN_2PO_4 кваліфікації ч. д. а., попередньо висушений протягом 2 годин за температури 105°C . Додають 2 см^3 хлороформу, об'єм доводять дистильованою водою до 1 дм^3 . В 1 см^3 розчину міститься $0,50 \text{ мг PO}_4^{3-}$.

1.2.4. *Робочий розчин.* Розбавляють 20 см^3 основного розчину дистильованою водою до 1 дм^3 . Розчин готують кожного разу свіжий. В 1 см^3 розчину міститься $0,01 \text{ мг PO}_4^{3-}$.

2. Принцип методу

Для визначення фосфатів широкого застосування набув фотометричний метод визначення із застосуванням амоній молібдату $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$. Внаслідок взаємодії ортофосфатів з амонію молібдатом у кислому середовищі ($\text{pH}=0,80\text{--}0,95$) у присутності аскорбінової кислоти утворюється інтенсивно забарвлена у синій колір сполука. Ця реакція відбувається при нагріванні. При введенні в розчин солі стибію (III) утворюється складніша забарвлена сполука, до якої входить стибій у співвідношенні $\text{Sb:P} = 1:1$. У цьому випадку реакція відбувається швидко за кімнатної температури. Чутливість визначення становить $0,02 \text{ мг PO}_4^{3-}/\text{дм}^3$. Поліфосфати та складні ефіри фосфорної кислоти за цих умов в реакцію не вступають.

Вміст фосфат-йонів у воді господарсько-побутового призначення не має перевищувати $3,5 \text{ мг/дм}^3$.

3. Методика визначення

3.1 Побудова калібрувальної кривої

Для побудови калібрувальної кривої у мірні колби на 50 см³ вносять 0,0; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15; 25; 35 та 45 см³ стандартного розчину (0,01 мг PO₄³⁻/см³), до кожної проби додають 2 см³ розчину молібденової суміші і через кілька хвилин 0,5 см³ 10 %-ого розчину аскорбінової кислоти і доводять об'єм водою до мітки. В одержаних розчинах концентрація фосфатів у перерахунку на досліджувану пробу дорівнює 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 та 9,0 мг PO₄³⁻/дм³.

Оптичну густину серії приготованих розчинів вимірюють через 10 -15 хвилин на спектрофотометрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ($\lambda=714$ нм) у кюветах із товщиною поглинаючого світлошару 5 мм. Як розчин порівняння використовують: 2 см³ розчину молібденової суміші і 0,5 см³ 10 %-ного розчину аскорбінової кислоти, розчинених дистильованою водою у колбі на 50 см³. За отриманими даними, будують калібрувальний графік – залежність оптичної густини від початкової концентрації розчину порівняння (C_o , мг PO₄³⁻/дм³).

За результатами проведених вимірювань оптичної густини для серії стандартних розчинів будують калібрувальну криву, та виводять рівняння, яке описує залежність концентрації йонів PO₄³⁻ від оптичної густини розчину:

$$C_x = 0,05986 + 8,16033 * Ax + 13,39927 * Ax^2$$

3.2 Методика визначення концентрації фосфатів у досліджуваному розчині

У мірну колбу на 50 см³ відбирають аліквоту проби (розчини в діапазоні концентрацій 0,0 - 9,0 мг PO₄³⁻/л), якщо очікувана концентрація виходить за вказані межі, необхідно робити розбавлення.

До відібраної проби додають 2 см³ розчину молібденової суміші і через кілька хвилин 0,5 см³ 10 %-го розчину аскорбінової кислоти, та доводять до мітки дистильованою водою. Через 10 -15 хвилин оптичну густину вимірюють при 714 нм в кюветі на 5 мм (розчин порівняння –холостий розчин).

За визначеними даними оптичної густини розчину розраховуємо концентрацію вмісту PO₄³⁻ іонів, враховуючи розведення ($Kp = V_k / V_a$) або за формулою:

$$C_x = (C_{\text{граф.}} \cdot 50) V_{\text{пр}}$$

де $C_{\text{граф.}}$ – концентрація фосфатів у пробі, знайдена за допомогою градуювального графіку, мг/дм³;

50 – об'єм мірної колби, мл;

$V_{\text{проби}}$ – об'єм проби води, узятої для аналізу, мл.

Питання для самоконтролю

1. Сформулюйте основний закон світлопоглинання і запишіть його математичний вираз.
2. За якими критеріями можна оцінити специфічність реагенту для спектрофотометричного визначення?
3. Опишіть суть методики визначення фосфатів у воді.
4. Які реакції відбуваються у розчинах при утворенні комплексу фосфоромолібдату амонію? Запишіть їх.
5. Для чого використовують хлорид стибію під час аналізу?
6. Яке необхідне значення рН при даних аналітичних визначеннях? Як його досягнути?
7. Для чого застосовують 10 % розчин аскорбінової кислоти в даній методиці?
8. Які аніони заважають виявленню фосфатів? Як можна їх усунути?