

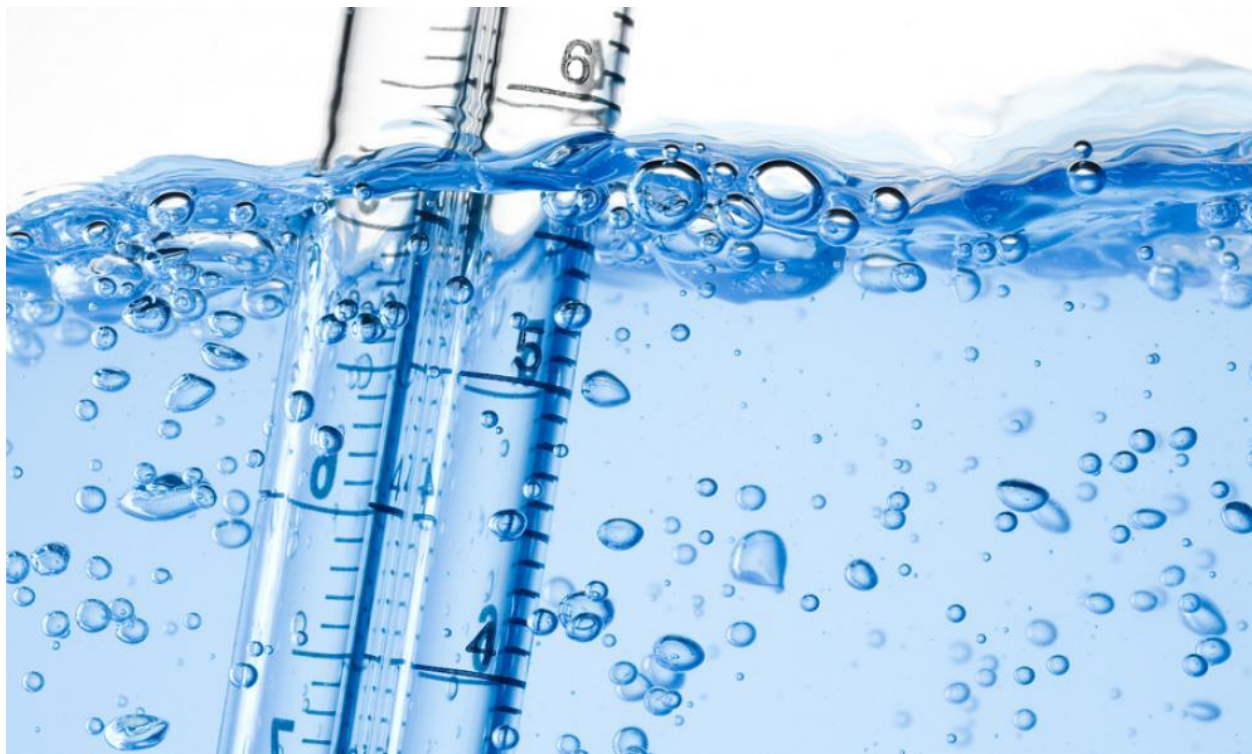


**Прикарпатський національний університет
імені Василя Стефаника**

Аналіз природної та питної ВОДИ

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

Аналіз природної та питної води на вміст йонів Al^{3+} та Ca^{2+} і Mg^{2+} спектрофотометричним методом



Тема: Аналіз природної та питної води на вміст іонів Al^{3+} та Ca^{2+} і Mg^{2+} спектрофотометричним методом.

Мета: навчитися визначати концентрацію іонів Al^{3+} , навчитися визначати твердість води відібраної з різних джерел, будувати калібрувальну криву, проводити статистичну обробку результатів аналізу.

Обладнання та реактиви: $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$; алюмініон; оцтова кислота – 80%, арсеназо III, фосфатна буферна суміш (pH=5.4-8), $CaCl_2 \cdot 2H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, спектрофотометр ULAB-102 UV, кювети з товщиною поглинаючого шару 10 мм, електронні ваги, мірні колби на 50 см³, мірні колби на 100 см³, піпетки об'ємом на 1,0; 2,0; 5,0 та 10,0 см³.

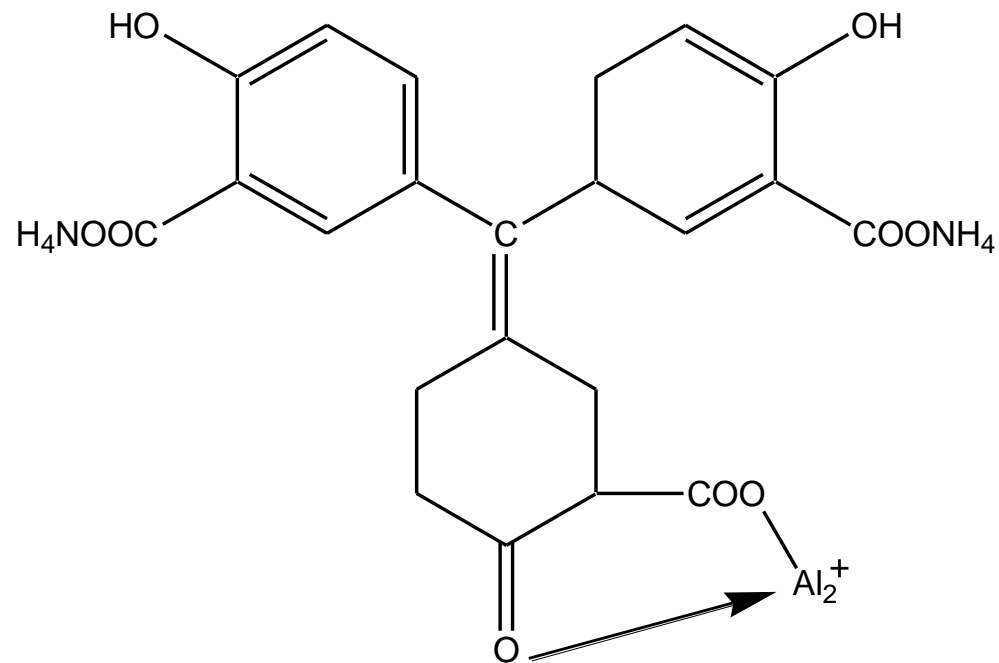


ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Алюміній в природних водах визначають фотометричним методом з органічними реагентами — алюміноном та оксихіноліном. Для визначення розчинених форм алюмінію пробу води фільтрують одразу після відбору. Потім профільтровану пробу консервують, додаючи 5 мл концентрованої хлоридної кислоти на 1 л води.

Фотометричне визначення з алюміноном

Амонійна сіль ауриINTRикарбонової кислоти (алюмінон) утворює з іонами алюмінію комплекс, колоїдні розчини якого забарвлені у яскравочервоний колір. Склад комплексу відповідає відношенню алюмінон : алюміній = 1 : 1.



ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

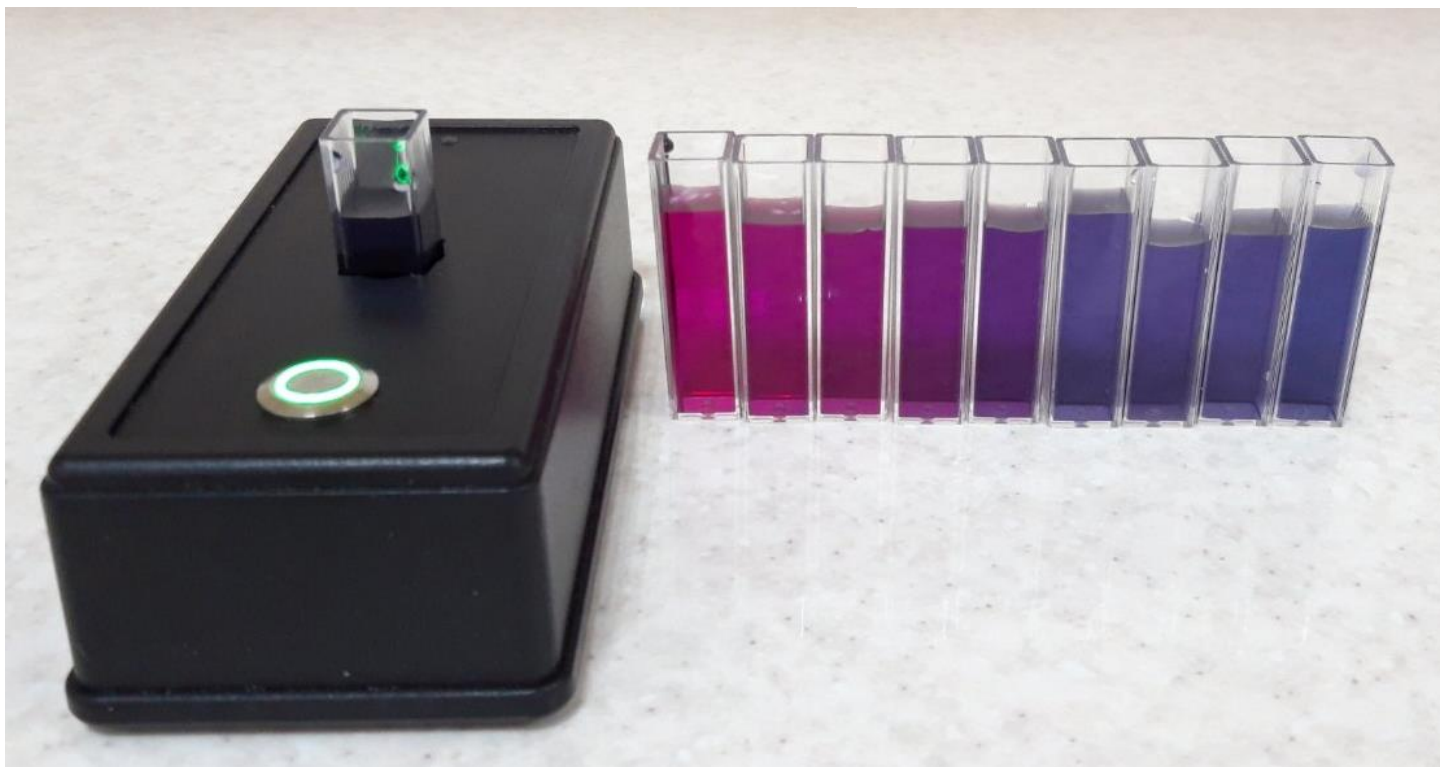
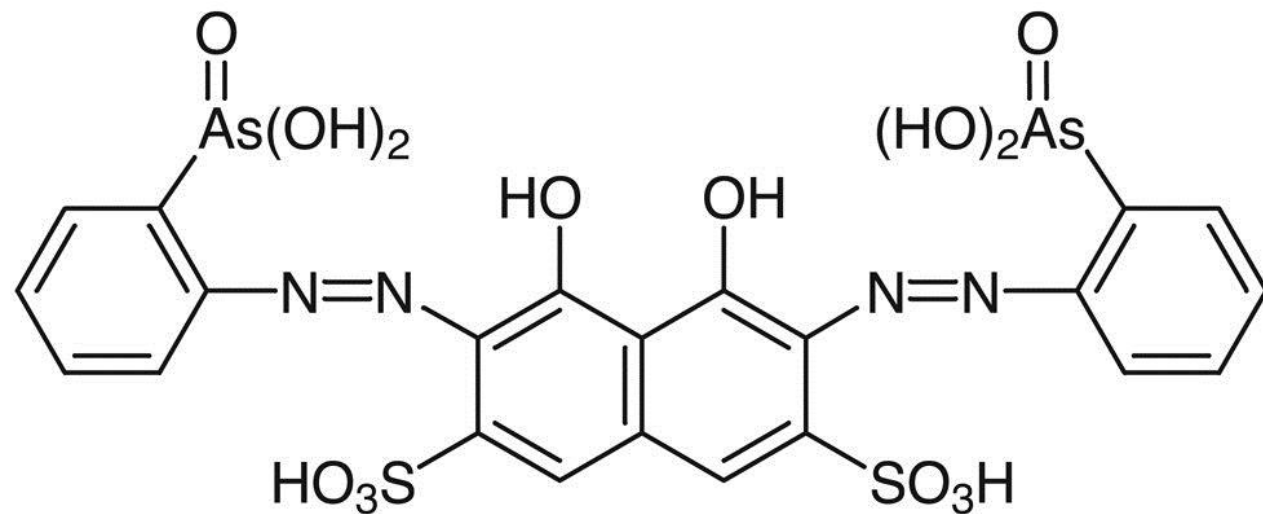
Утворення комплексної сполуки залежить від температури, довготривалості реакції та від концентрації водневих іонів. Колоїдний розчин стабілізують додаванням желатину. Коли немає речовин, що заважають аналізу, цим методом можна визначити до 0.05 мг Al/л.

Визначенню алюмінію з алюміноном заважають іони заліза, фториди, поліфосфати, сірководень, хлор, забарвлені речовини і каламутність води. Залізо маскують тіогліколевою кислотою.



ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Арсеназо III утворює з деякими металами (Ca^{2+} , Mg^{2+}) кольорові комплекси, які мало розчинні у воді. Солі кальцію і магнію при $\text{pH}=5.4-8$ (Фосфатний буферний розчин) з арсеназо III дають характерний **темно-синій колір**.



ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ



Визначення концентрації іонів Al^{3+}

1. Приготування реактивів:

1. *Основний стандартний розчин солі Al^{3+}* (1 см³ розчину містить 0,1 мг Al) – 0,247 г $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ розчиняють в мірній колбі ємністю 100 см³ у невеликій кількості дистильованої води і доводять об'єм розчину дистильованою водою до мітки.
2. *Робочий стандартний розчин солі Al^{3+}* (1 см³ розчину містить 0,01 мг Al) готують в день проведення аналізу розведенням основного стандартного розчину в 10 разів дистильованою водою.
3. *Алюмініон – 1 г/л водний розчин:* 0,1 г алюмініону розчиняють в 30 см³ води, кип'ятять 5 хв. Розчин охолоджують, переносять в мірну колбу місткістю 100 см³, доводять об'єм розчину дистильованою водою до мітки і перемішують.
4. *Оцтова кислота – 80%:* 80 мл крижаної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до об'єму 100 мл.

Визначення концентрації іонів Al^{3+}

2. Побудова калібрувальної кривої

Для побудови якої у мірні колби місткістю 50 см^3 послідовно вливають $0,00; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,00; 15,00; 20,00$ і $35,00\text{ см}^3$ робочого стандартного розчину солі Al^{3+} (в 1 см^3 розчину - $0,01\text{ мг Al}$), додають в кожну з колб по $0,8\text{ см}^3\text{ CH}_3\text{COOH}$ (80 %), потім послідовно додають в кожну колбу по 1 см^3 алюмінію, доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують. В одержаних розчинах концентрація алюмінію у перерахунку на досліджувану пробу дорівнює $0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5\text{ мг Al}^{3+}/\text{дм}^3$.

Оптичну густину приготованих розчинів вимірюють через 30 - 40 хвилин на спектрофотометрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ($\lambda = 520\text{ нм}$) у кюветах із товщиною поглинаючого світлошару 10 мм . У якості розчину порівняння використовують: $0,8\text{ см}^3$ розчину CH_3COOH (80 %) і 1 см^3 розчину алюмінію розчинених водою у колбі на 50 см^3 . За отриманими даними, будують калібрувальний графік (Рис. 2) – залежність оптичної густини від початкової концентрації розчину порівняння (c_o , $\text{мг Al}^{3+}/\text{дм}^3$).

Визначення концентрації іонів Al^{3+}

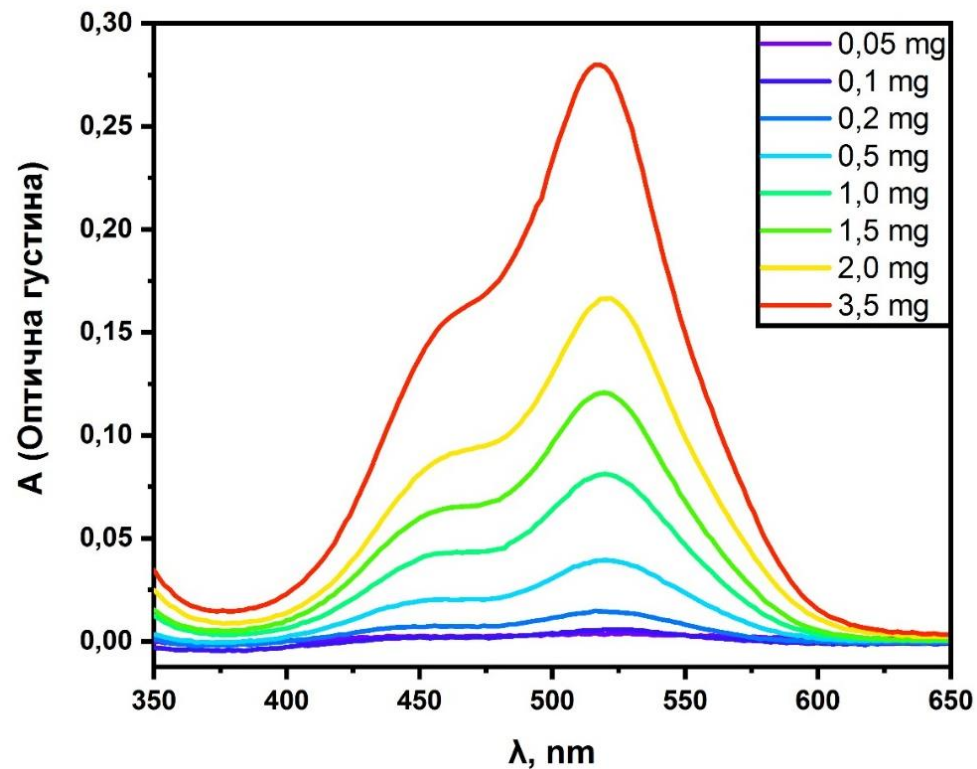


Рис. 1. Залежність оптичної густини від довжини хвилі.

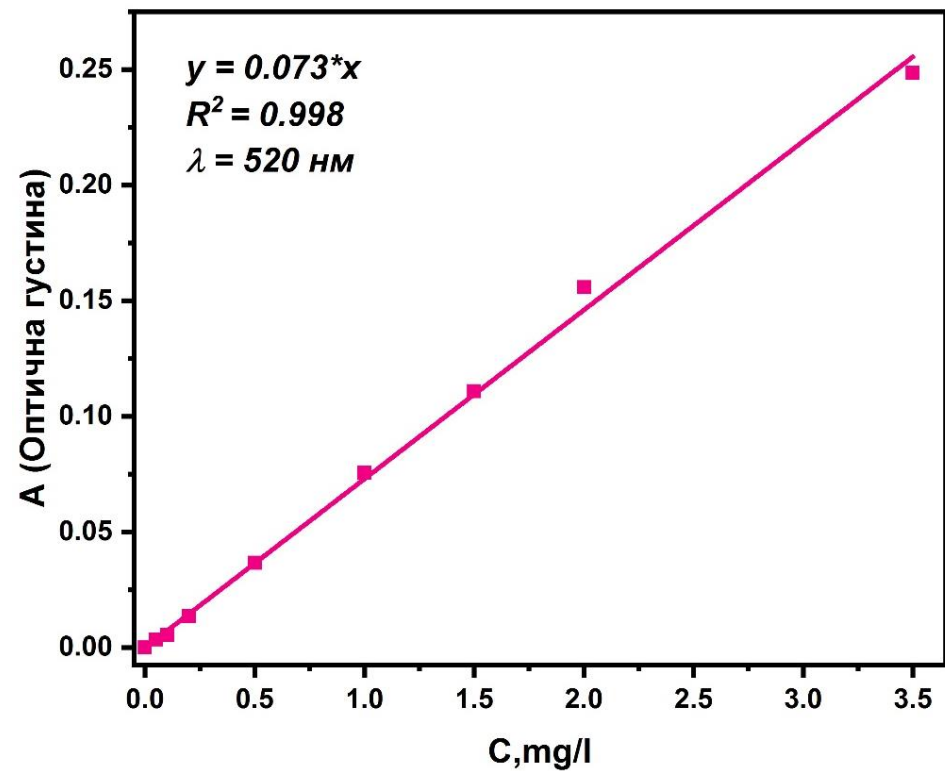


Рис. 2. Калібрувальний графік для визначення вмісту іонів Al^{3+} .

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації йонів Al^{3+} від оптичної густини розчину:

$$C_x = A/0.073 \quad (1)$$

Визначення концентрації іонів Al^{3+}

3. Методика визначення та обробка результатів аналізу

У мірну колбу на 50 см³ відбирають аліквоту з проби (розчини в діапазоні концентрацій 0,0 - 3,5 мг Al^{3+} /л), додають 0.8 см³ CH₃COOH (80 %) і 1 см³ розчину алюмініону та доводять до мітки дистильованою водою. Оптичну густину вимірюють через 30 - 40 хвилин на довжині хвилі 520 нм в кюветі на 10 мм (розчин порівняння – холостий розчин). За даними оптичної густини розчину розраховуємо концентрацію вмісту Al^{3+} іонів, враховуючи розведення ($K_p = V_k / V_a$):

$$C'_x = \frac{A_x}{0,073} \cdot K_p \quad (2)$$

Для перевірки правильності отриманих результатів потрібно провести статистичну обробку даних експерименту використовуючи формули представлені в Табл. 1.

Визначення концентрації іонів Ca^{2+} і Mg^{2+}

1. Приготування реактивів:

2. Фосфатна буферна суміш (рН=5.4-8).

3. Арсеназо III (10^{-3} моль/л), розчиняють 0,0776 г розчиняють у невеликій кількості дистильованої води, переносять в мірну колбу на 100 см³ і доводять до мітки. Розчин готують кожного разу свіжий.

4. Кальцій хлорид, стандартний розчин.

5. Магній нітрат, стандартний розчин.

Основний стандартний розчин I. Розчиняють у дистильованій воді 18,375 г невивітреного х.ч. $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ розчиняють у невеликій кількості дистильованої води, переносять у мірну колбу об'ємом 1000 мл та доводять до мітки дистильованою водою. В 1 см³ розчину міститься 5,0 мг Ca^{2+} .

Робочий розчин I. Розбавляють 2,5 см³ основного розчину дистильованою водою до 250 см³. Розчин готують кожного разу свіжий. В 1 см³ розчину міститься 0,05 мг Ca^{2+} .

Основний стандартний розчин II. Розчиняють у дистильованій воді 2,133 г $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ х.ч. розчиняють у невеликій кількості дистильованої води, переносять у мірну колбу об'ємом 1000 мл та доводять до мітки дистильованою водою. В 1 см³ розчину міститься 2,0 мг Mg^{2+} .

Робочий розчин II. Розбавляють 10 см³ основного розчину дистильованою водою до 100 см³. Розчин готують кожного разу свіжий. В 1 см³ розчину міститься 0,02 мг Mg^{2+} .

Визначення концентрації іонів Ca^{2+} і Mg^{2+}

2. Побудова калібрувальної кривої

Для побудови якої у мірні колби на 50 см^3 вносять 0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 25 см^3 стандартного розчину I ($50\text{ мг }Ca^{2+}/\text{дм}^3$), і 0,0; 0,25; 0,5; 1,5; 2,5; 3,0; 4,0; 6,0; $10,0\text{ см}^3$ стандартного розчину II ($20\text{ мг }Mg^{2+}/\text{дм}^3$), до кожної проби додають 5 см^3 фосфатної буферної суміші і 3 см^3 арсеназо III і доводять об'єм водою до мітки. В одержаних розчинах концентрація кальцію і магнію у перерахунку на досліджувану пробу дорівнює 0,000; 0,021; 0,042; 0,084; 0,150; 0,330; 0,475; 0,633; 0,950 та 1,580 ммоль/ дм^3 .

Оптичну густину приготованих розчинів вимірювали через 10 - 15 хвилин на спектрофотометрі, використовуючи світлофільтр із довжиною хвилі ($\lambda = 606\text{ нм}$) у кюветах із товщиною поглинаючого світлошару 10 мм. У якості розчину порівняння використовують: 5 см^3 фосфатної буферної суміші і 3 см^3 арсеназо III, розчинених водою у колбі на 50 см^3 . За отриманими даними, будували калібрувальні графіки (Рис. 4) – залежність оптичної густини від початкової концентрації розчину порівняння (c_o , ммоль/ дм^3).

Визначення концентрації іонів Ca^{2+} і Mg^{2+}

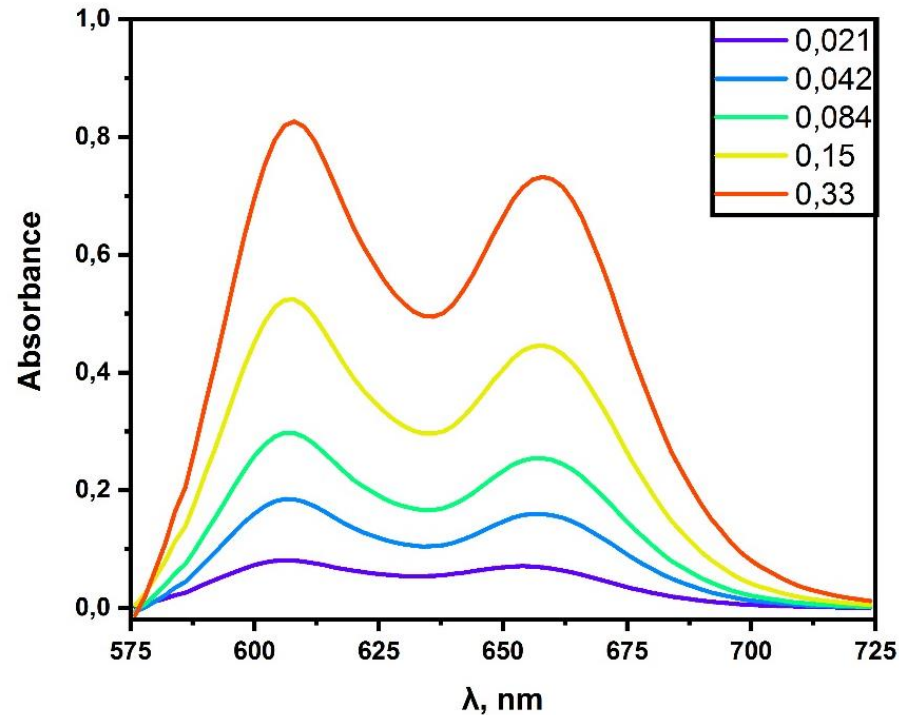


Рис. 3. Залежність оптичної густини від довжини хвилі.

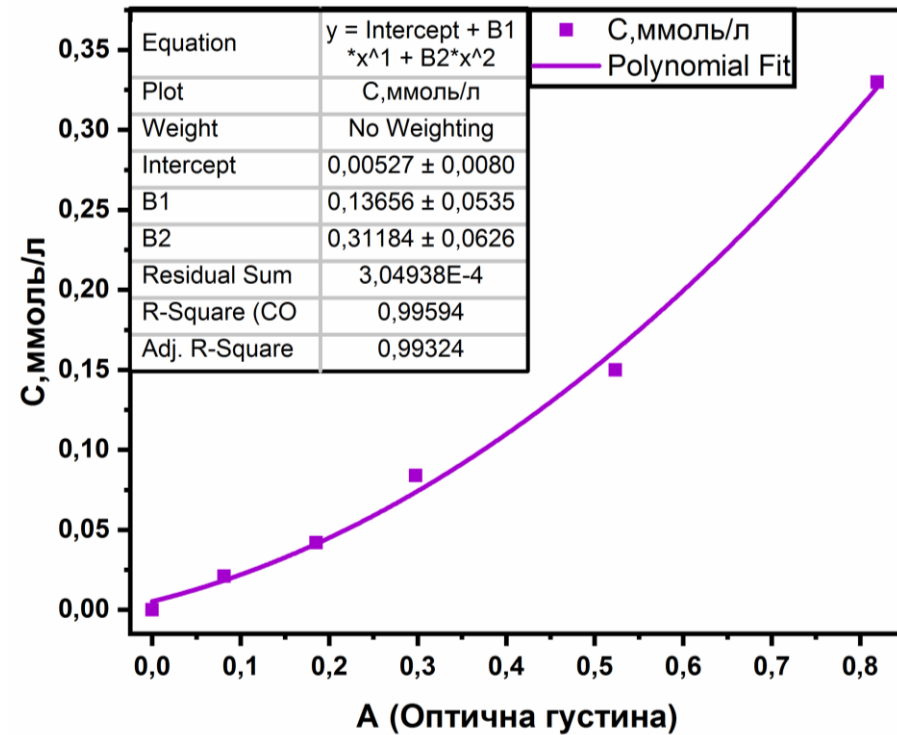


Рис. 4. Калібрувальний графік для визначення вмісту твердості води.

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації твердості води від оптичної густини розчину:

$$Cx = 0.00527 + 0.13656 * Ax + 0.31184 * Ax^2 \quad (3)$$



ANSWER

QUESTION