

Лабораторная работа к занятию №8 «Определение оптической плотности окрашенных растворов»

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1. Характеристика электромагнитного излучения

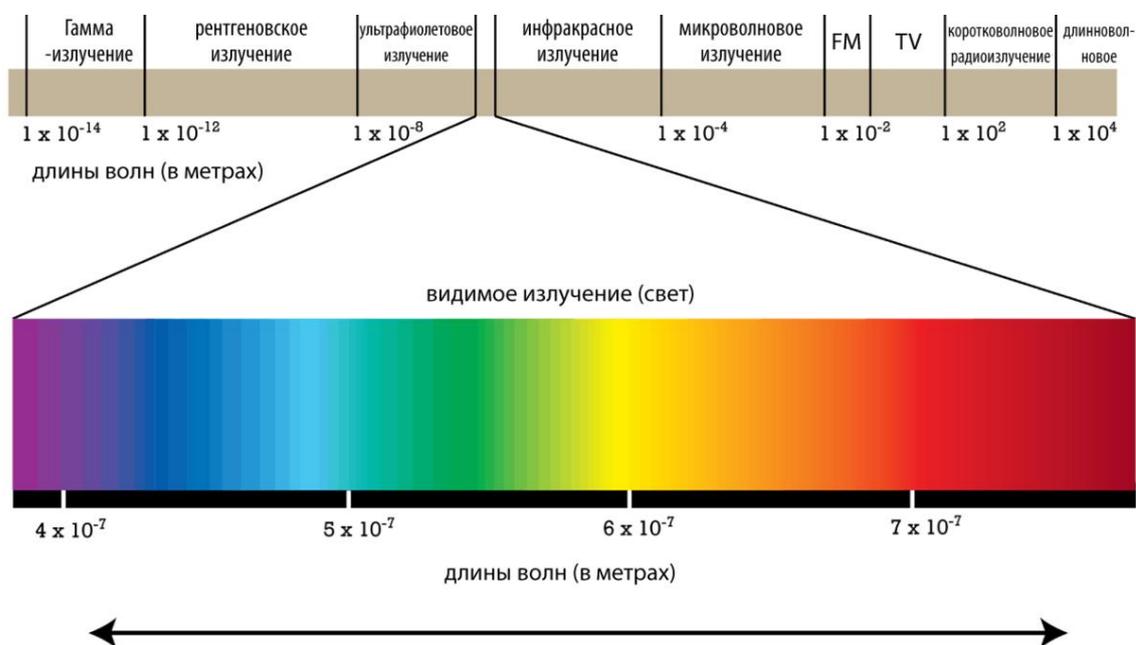


Рис. 1: Вид электромагнитного спектра

Длина волны λ - расстояние между двумя ближайшими друг к другу точками в пространстве, в которых колебания происходят в одинаковой фазе.

Волновое число k - величина, обратная длине волны ($1/\lambda$), единицы измерения (см^{-1}).

Частота ν - количество полных колебаний в единицу времени.

Зависимость между энергией E электромагнитного излучения и частотой ν установил физик Макс Планк:

$$E = h \cdot \nu$$

Где, E – энергия электромагнитного излучения, Дж, h - $6,6256 \cdot 10^{-34}$ Дж·с, постоянная Планка (квант действия Планка), ν - частота электромагнитного излучения, Гц.

2. Закон Бугера-Ламберта-Бера

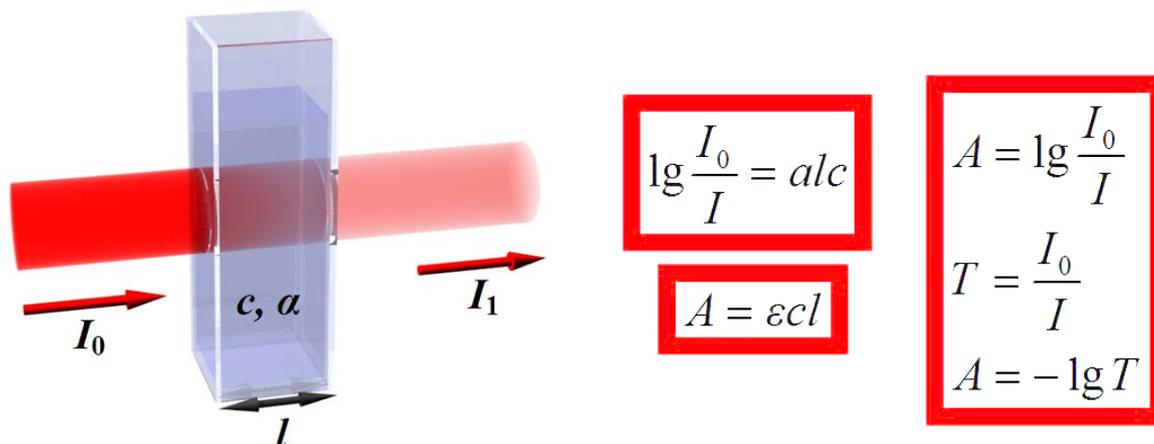


Рис. 2: Представление работы закона Бугера-Ламберта-Бера

Закон Бугера – Ламберта – Бера — физический закон, определяющий ослабление параллельного монохроматического пучка света при распространении его в поглощающей среде.

- ✓ 1729 г. - Экспериментально открыт П. Бугером
- ✓ 1760 г. - Теоретически выведен И.Г. Ламбертом
- ✓ 1852 г. - Исследован для растворов А. Бером

α – коэффициент светопоглощения, зависит от длины волны, но не зависит от концентрации

ϵ – молярный коэффициент поглощения

l – толщина поглощающего слоя, см

c – концентрация

Если концентрация C выражена в молях на литр,

l – в см, то α представляет собой молярный коэффициент светопоглощения и обозначается ϵ

A – погашение (оптическая плотность D)

T – пропускание

Закон справедлив только для:

- прозрачных растворов (помутнения, могут рассеивать свет, вызывая искажение результатов)
- разбавленных растворов (слишком концентрированные растворы поглощают излучение очень интенсивно)
- используется монохроматическое излучение (излучения с одинаковой длиной волны), так как коэффициент экстинкции ϵ , зависит от длины волны λ .

3. Спектрофотометрия и устройство спектрофотометра.

Спектрофотометрия - это метод, применяемый чаще других и наиболее совершенный среди методов абсорбционного молекулярного анализа, основан на использовании специальных спектральных приборов — спектрофотометров, позволяющих регистрировать световые потоки в широком интервале изменения длин волн от 185 нм до $\sim 1100 \text{ нм}$, т.е. в УФ, видимой и ближней ИК области спектра, и обеспечивающих высокую степень монохроматичности света ($0,2\text{—}5 \text{ нм}$), проходящего через анализируемую среду.

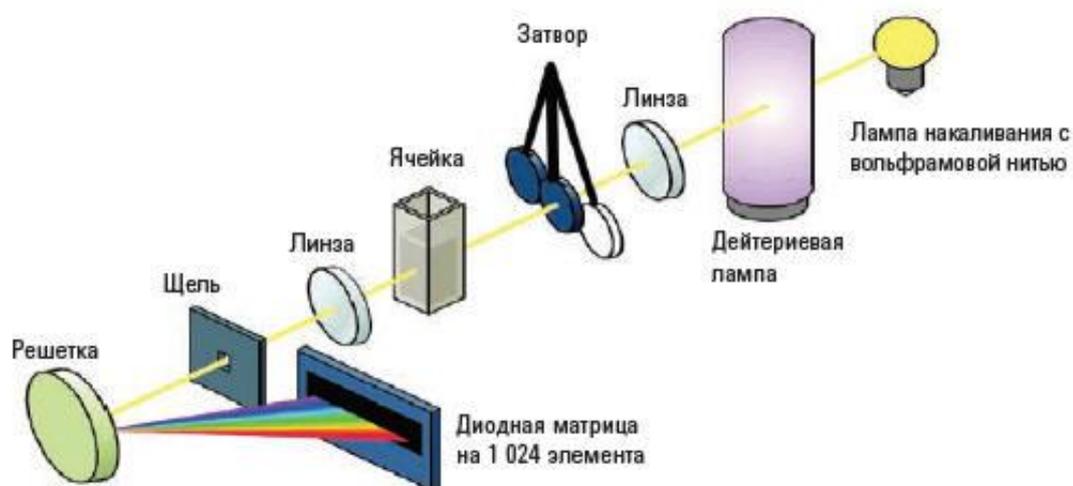


Рис. 3: Схема устройства спектрофотометра

В большинстве спектрофотометров, применяемых в аналитической практике, монохроматизация светового потока осуществляется за счет использования диспергирующих (разлагающих свет в спектр) элементов — призм или дифракционных решеток. Разработаны различные конструкции спектрофотометров, работающих как по однолучевой (одноканальной), так и по двухлучевой (двухканальной) схеме.

ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Цель работы: Построить калибровочные зависимости оптических плотностей окрашенных растворов от концентраций веществ, содержащихся в них.

Ход работы:

1. Приготовление матричных растворов:

Рассчитать навески веществ и приготовить:

- 10% матричный раствор $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл
- 9% матричный раствор $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл
- 2% матричный раствор $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл
- 7% матричный раствор $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл
- 1% матричный раствор $\text{KCrO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл
- 5% матричный раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 20 мл

2. Приготовление рабочих растворов в трех параллелях (необходимо сделать 3 образца каждой концентрации):

- Приготовить пробы водного раствора $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 7,5%, 5%, 2,5%, 1,25%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 7%, 5,5%, 3%, 1,5%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 1%, 0,7%, 0,5%, 0,25%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 3%, 2%, 1,8%, 0,57%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 2%, 1%, 0,5%, 0,25%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{KCrO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 0,4%, 0,3%, 0,1%, 0,05%.
- Приготовить пробы водного раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ объемом 5 мл в концентрациях 2%, 1%, 0,5%, 0,25%.

3. Получение спектров поглощения:

Заполняют кюветы поочередно для каждого вещества приготовленными растворами и помещают в ячейки кюветного отделения спектрофотометра. Проводят измерения оптической плотности (A) растворов $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (520 нм), $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (395 нм), $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (285 нм), $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (285 нм), $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (360 нм), $\text{KCrO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (490 нм), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (535 нм). Нулевое по кювете с чистым растворителем.

4. Построение калибровочных графиков.

Построение калибровочных графиков производится в программе Microsoft Excel.

Калибровочный график представляет собой зависимость оптической плотности от концентрации исследуемого раствора (мг/мл) для каждого параллельного разведения. Зависимость должна иметь характер линейной.

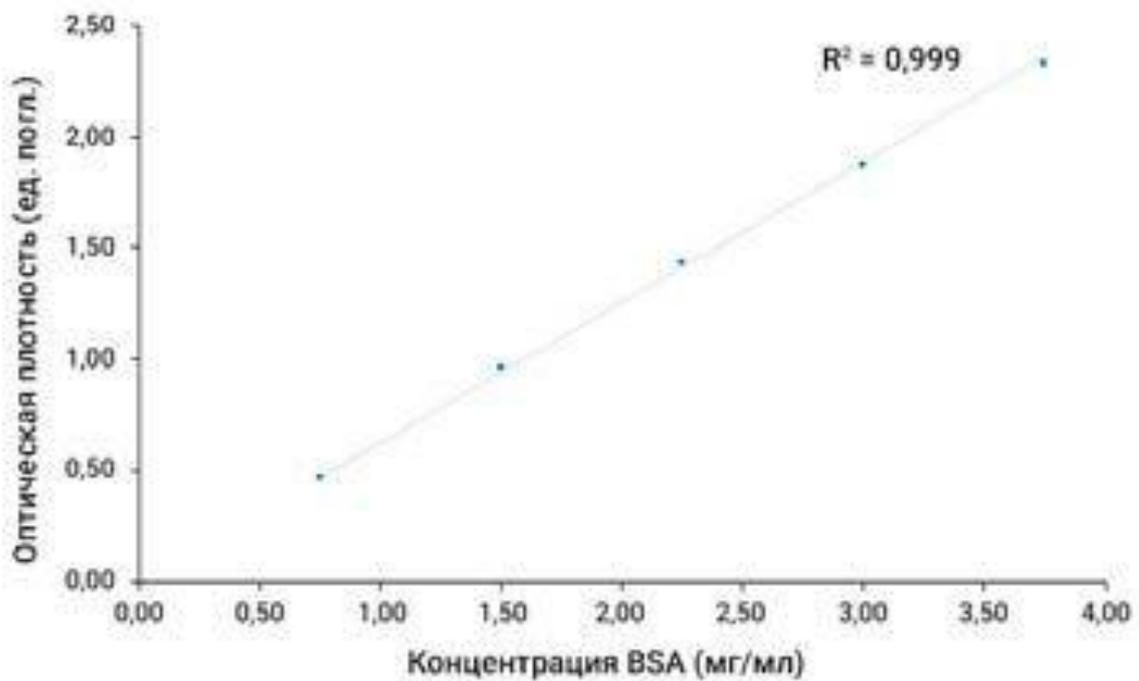


Рис. 4: Идеальный вид линейной зависимости.

оптическая плотность			
1я параллель	2я параллель	3я параллель	Концентрация мг/мл
0,32	0,34	0,28	5
0,38	0,43	0,37	2,5
0,42	0,47	0,43	2
0,45	0,53	0,49	1
0,52	0,55	0,56	0,5

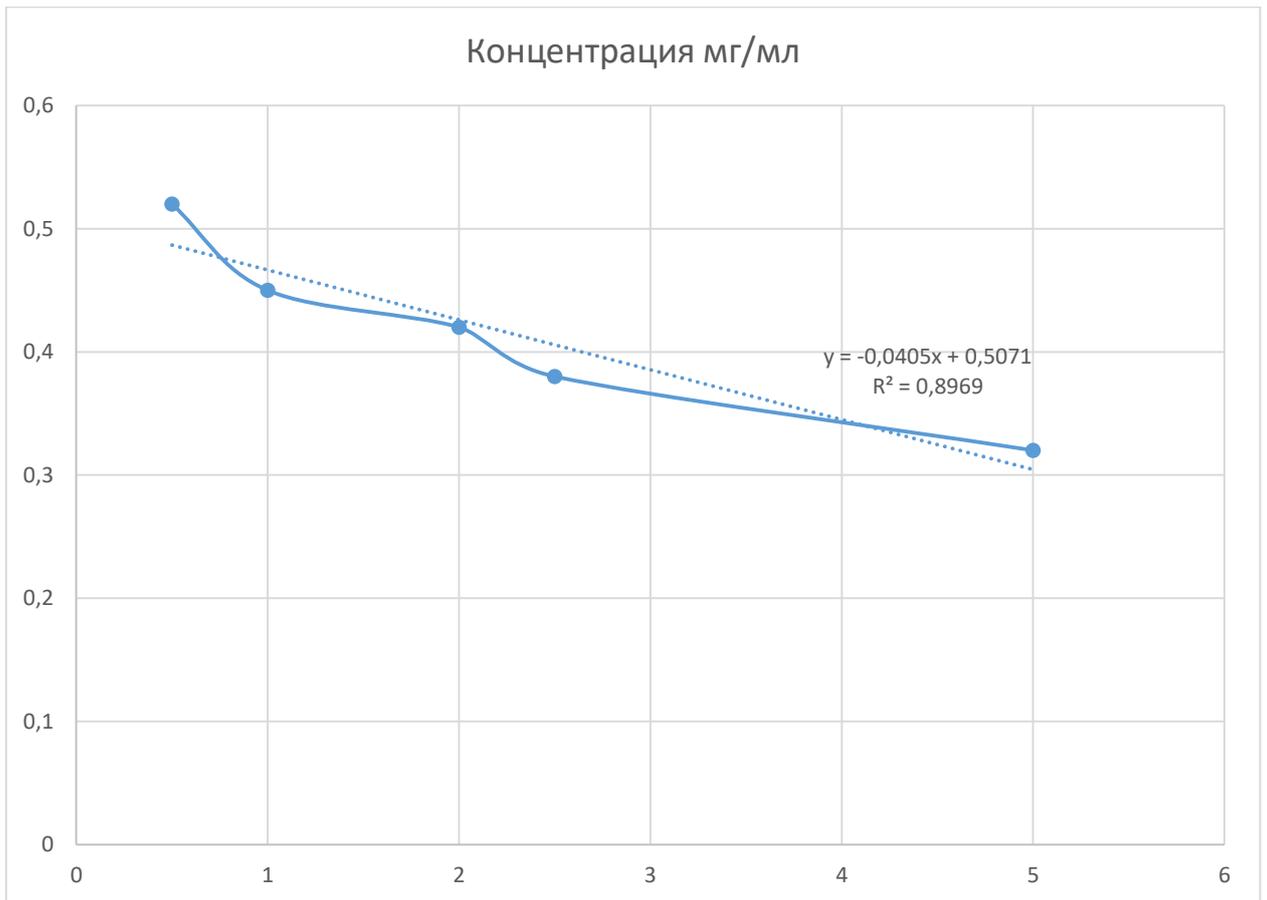


Рис. 5: Пример калибровочного графика с линиями тренда, уравнениями прямых и коэффициентами аппроксимации.

Необходимо определить построить калибровочные графики для каждого вещества, указать коэффициент аппроксимации, получить уравнение зависимости, рассчитать точность и прецизионность.