***Фотометрическое определение дихромат- и перманганат – ионов при их совместном присутствии в сточной воде***

Количественное определение методами фотометрии основаны на прямой пропорциональной зависимости между оптической плотностью (А) и концентрацией вещества в растворе (закон Бугера-Ламберта-Бера).Определение бихромата и перманганата калия при их совместном присутствии в растворе,основано на суммировании оптических плотностей растворов перманганата и бихромата калия при их частичном наложении друг на друга.

Растворы, содержащие перманганат и дихромат-ионы, имеют значительно различающиеся спектры поглощения. В спектрах поглощения можно выделить участок (λ1), где поглощением одного из компонентов (K2Cr2 O7) можно пренебречь.

Измерения оптической плотности проводят на спектрофотометре с выбором светофильтров от 400 до 700 нм.

Приборы, посуда, реактивы:

1. Спектрофотометр с набором кювет;
2. Колба мерная , вместимостью 50,0 см3
3. Бюретка вместимостью25,00 см3
4. Химические стаканы вместимостью 50,00;100,00;600,00 см3
5. Лабораторные воронкиd= 20;36 мм
6. Пипетка Пастера
7. Дозатор 1-10 см3
8. Стандартные растворы перманганата калия C1/5KMnO4 = 0,02 моль/дм3и бихромата калия C1/6K2Cr2O7 = 0,02 моль/дм3
9. Раствор серной кислоты C1/2H2SO4 = 2 моль/дм3
10. Пипетка 10 см3

Выполнение работы:

1. В 5 мерных колб объемом 50,0 мл поместить с помощью бюретки 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10,0 мл стандартного раствора KMnO4, в другие пять – такие же объемы стандартного раствора K2Cr2O7. Во все колбы добавить по 2,0 мл раствора серной кислоты, довести до метки водой и перемешать. Растворы устойчивы в течение часа.
2. Для построения спектров поглощения измерить оптическую плотность раствора перманганата калия максимальной концентрации при разных длинах волн от 400 до 680нм, с шагом 40 нм. За раствор сравнения принять дистиллированная вода + серная кислота. То же проделать с раствором бихромата калия максимальной концентрации. Толщина поглощающего слоя 5 мм.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| λ, нм |  |  |  |  |  |  |  |  |
| А (KMnO4) |  |  |  |  |  |  |  |  |
| A (K2Cr2O7) |  |  |  |  |  |  |  |  |

1. По полученным данным построить спектры поглощения растворов KMnO4и K2Cr2O7,используя МSExcel,cтроят две графические зависимости в одной системе координат A = f(λ). По спектрам поглощения выбрать два светофильтра для дальнейших измерений: один (λ1) – соответствующий максимуму поглощения раствором перманганата калия (и минимуму или отсутствию поглощения бихроматом калия); второй(λ2) – соответствующий суммарному поглощению света раствором перманганата и бихромата.

Для построения калибровочных графиков измерить оптические плотности растворов разной концентрации перманганата калия при светофильтрах λ1 и λ2 и бихромата калия – при λ2. Готовят две серии стандартных растворов. Замеры градуировочных растворов проводят 2 раза при выбранных длинах волн в порядке возрастания концентрации в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 мм.

Таблица 1 – Зависимость оптической плотности растворов от концентраций стандартного раствора

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Исходный раствор | №  раствора | Объем исходного раствора, мл | Содержание определяемого элемента, мг/мл | Оптическая плотность при светофильтрах | |
| λ1 | λ2 |
| KMnO4  0,02Н | 1 | 2 |  |  |  |
| … | … |  |  |  |
| n | 10 |  |  |  |
| K2Cr2O7  0,02Н | 1 | 2 |  |  |  |
| … | … |  |  |  |
| n | 10 |  |  |  |

По полученным данным,используя МSExcel,строят градуировочные графики в координатах А = f(С): график для перманганата калия (при λ1 и λ2) и график для дихромата калия (при λ2).

1. Анализируют две параллельные пробы.
2. Анализируемуюпробу, объемом 10,00 см3  помещают в колбу вместимостью 50 мл, подкисляют 2 мл серной кислоты, доводят до метки водой, перемешивают и фотометрируют при выбранных светофильтрах λ1 и λ2. С помощью градуировочных графиков находят С(KMnO4) и C(K2Cr2O7)

Аλ2 (K2Cr2O7) = Aλ2 (X) - Aλ2 (KMnO4).

1. Рассчитывают массовую концентрацию бихромата и перманганата калия в смеси.

За результат определения принимаются среднее арифметическое двух определений относительное расхождение между которыми не превышает 15 %.

Сходимость результатов анализа (r) в процентах вычисляют по формуле:

где: Х1- больший результат из двух параллельных измерений

Х2- меньший результат из двух параллельных измерений.