

**МИРЗО УЛУҒБЕК НОМИДАГИ
ЎЗБЕКИСТОН МИЛЛИЙ УНИВЕРСИТЕТИ**



КИМЁ ФАКУЛЬТЕТИ

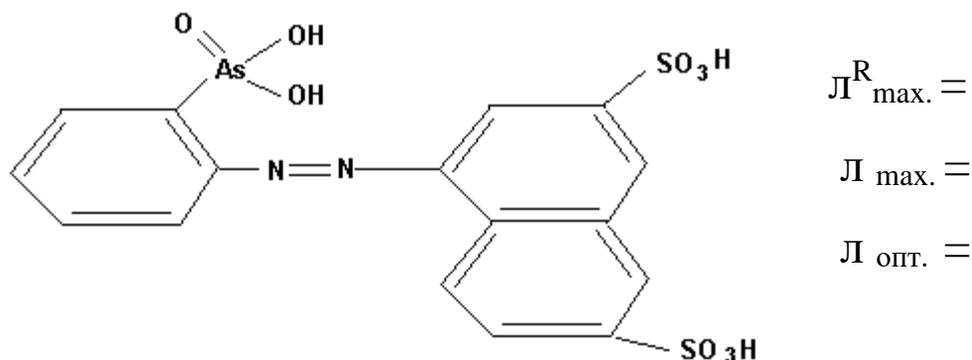
**ЛАБОРАТОРИЯ МАШҒУЛОТЛАРИ УЧУН
ТАРҚАТМА МАТЕРИАЛ**

Тузувчи: СМАНОВА З.А.

ТОШКЕНТ – 2011

РАБОТА № 1. ПОДБОР ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ (КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ) ТОРИЯ ТОРОНОМ

ТОРОН (бензол-2-арсоновая кислота – (I-азо-I)-2-оксинафталин-3,6-дисульфокислота) позволяет с большой чувствительностью определять тория в присутствии некоторых сопутствующих элементов и РЗЭ.



Выбор оптимальных условий определения проводят по следующей схеме:

1. Регистрируют спектр поглощения раствора, реагента и комплекса при одинаковых условиях (рН, C_p , $V_{\text{общ.}}$).
2. Подбирают $L_{\text{мах.}}$ определения.
3. Подбирают рН (кислотность) определения и его природу.
4. Выбирают количество (объем) буферной смеси (кислоты).
5. Определяют количество реагента.
6. Подбирают природу и объем органической фазы.
7. Выбирают оптимальный порядок сливания компонентов.
8. Определяют время развития окраски (время образования комплекса).

I. Регистрация спектра поглощения.

Реактивы: 1. Торон (0,005 М)

2. Стандартный раствор тория (100 мкг/мл)

3. Хлористоводородная кислота (конц.)

В пробирки, емкостью 10 мл, вводят 0,3 мл раствора тория (30 мкг), 1 мл воды, 2 мл HCl, 0,5 мл R и доводят общий объем раствора до 10 мл.

Регистрируют спектры поглощения в интервале длин волн 420-620 нм. Данные вносят в табл. 1 (см. работу № 5).

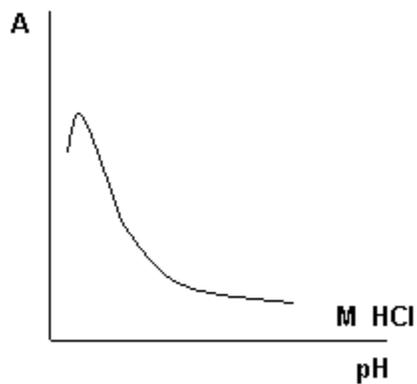
2. По полученным данным строят графические зависимости A от l (рис. 1) (спектры поглощения). По спектрам определяют максимумы поглощения реагента и комплекса, а также оптимальную длину волны определения, где ΔA максимальна (желательно иметь график зависимости A от l (рис. 2)).

3. При выборе оптимального pH (кислотности) комплексообразования готовят серию растворов как в пункте I, но изменяют концентрацию кислоты (от 0,1 до 5,0M с интервалом в 0,5M). Измеряют оптическую плотность растворов при выбранной длине волны. Результаты вносят в таблицу 2 и строят график $A - pH$ (M HCl) (рис.3).

Табл. 2. Зависимость оптической плотности комплекса Th-торон от концентрации кислоты (pH)

M, HCl	pH	A
0,1		
1,0		
1,5		
2,0		
2,5		
...		
5,0		

Рис. 3. Зависимость оптической плотности комплекса Th-торон от концентрации кислоты (pH).



4. При выборе оптимального количества кислоты готовят серию растворов как в п. I, но изменяют объем кислоты (выбранной концентрации). Измеряют оптическую плотность. Необходимо учитывать, что при изменении объема кислоты изменяется pH раствора, который необходимо считать.

Получение данных заносят в табл.3.

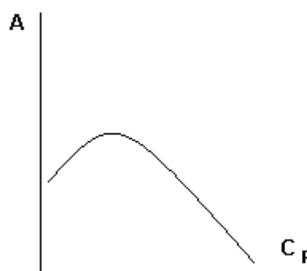
Объем кислоты, мл	Конц. К-ты, М	pH	A
1,0			
1,5			
2,0			
...			
5,0			

5. При выборе оптимального количества (концентрации) реагента готовят серию растворов как в п.1., только изменяют объем раствора реагента от 0,5 до 2,0 мл (с интервалом 0,5 мл) и измеряют оптическую плотность при выбранных $L_{\text{опт.}}$, концентрации и объема кислоты. Получение данные заносят в табл.4, по которой строят график (рис. 4.).

Табл. 4. Определение оптимальной концентрации реагента

V реаг., мл	C_R	A
0,5		
1,0		
1,5		
2,0		

Рис. 4. Зависимость оптической плотности комплекса от конц. реагента



6. В ряде случаев органический растворитель, введенный в систему, увеличивает оптическую плотность фотометрируемой системы. Поэтому следует провести эксперимент по влиянию природы органической фазы на оптическую плотность комплекса.

Готовят серию растворов как в п. I, но дополнительно вводят по 1,0 мл органического растворителя, смешивающегося с водой и измеряют оптическую плотность системы (объем растворов 10мл). Результаты – в табл.5.

Табл. 5. Влияние природы органической фазы на оптическую плотность комплекса тория с тороном.

Органический растворитель	A
Этанол	
Ацетон	
ДМФА	
ДМСО	

7. Если органический растворитель значительно увеличивает оптическую плотность системы, следует определить количества растворителя (объемную долю). Для этого готовят серию растворов, не изменяя выбранных параметров, изменяя только объем органического растворителя, показавшего наилучшие результаты от 1,0 до 4,0 мл с шагом 1,0 мл. Результаты заносят в табл.6 и по полученным результатам строят график (рис.5).

Табл.6. Влияние объемной доли органической фазы (ацетона) на оптическую плотность комплекса.

Объем растворителя, мл	Объемная доля, % об.	A
1,0	10	
2,0	20	
3,0	30	

Рис.5. Зависимость оптической плотности комплекса торий-торон от объема органической фазы



8. При выбранных природе и количестве всех компонентов проверяют порядок сливания последних. Для этого готовят серию растворов с различным порядком сливания. Полученные данные вносят в табл. 7.

Табл.7. Влияние порядка сливания компонентов на оптическую плотность комплекса торий-торон.

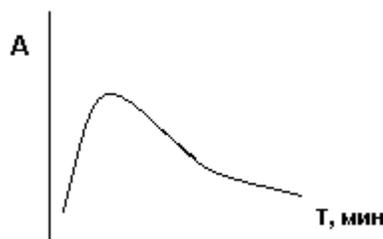
№	Порядок сливания	A
1	R + pH + Me + OR + H ₂ O	
2	R + Me + pH + OR + H ₂ O	
3		

9. Определение времени образования комплекса проводят, измеряя оптическую плотность раствора, приготовление и выбранных оптимальных условиях, сразу после сливания компонентов и через каждые 5 минут до постоянства значения A. Результаты вносят в табл. 8 и на рис. 6.

Табл.8. Определение времени образования комплекса.

Время, мин.	A
0	
5	
10	
15	
20	
...	

Рис.6. Влияние времени на оптическую плотность комплекса торий-торон



РАБОТА №2. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОРИЯ ТОРОНОМ

В мерные пробирки, емкостью 10 мл, вводят 0,5-5,0 мл раствора тория (100 мкг/мл), что соответствует 50-500 мкг/мл раствора тория, что соответствует 50-500 мкг/мл, 1,0 мл воды и 20 мл конц. HCl. Добавляют 1,0 мл раствора реагента (0,005 M) и доводят общий объем до 10 мл дистиллированной водой. Измеряют оптическую плотность при $\lambda=545$ нм относительно холостого раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

Табл. 1.

Данные для построения градуировочного графика
определения тория тороном ($\lambda=545$ нм).

№	C_{Th} , мкг	A_1	A_2	A_3	$\Gamma_{ср}$.
1					
2					
3					
...					
10					

Выполнение контрольной работы: «Определение тория в образцах минерального сырья»

К аликвоте пробы минерального сырья (5,0 мл) добавляют 2,0 мл HCl и 1 мл P. Доводят общий объем раствора до 10 мл дистиллированной водой. Перемешивают и измеряют оптическую плотность при $\lambda=545$ нм относительно холостого раствора. Содержание тория находят по градуировочному графику.

Табл. 2.

Результаты определения тория в некоторых
образцах ($n=5$; $P=0,95$; $m_{навески}=100$ г)

№	Название образца	Аттестованное содержание Th, % 10^{-3}	Найдено Th, % 10^{-3}	Sr
1	Монацит	0,06±0,02		
2	Бастнозитовая руда	0,12±0,01		
3	Ториант	0,17±0,01		
4	СО № 543	3,30±0,02		

Содержание тория (%) в образцах вычисляют по формуле:

$$\%_{(\text{Th})} = (m \cdot V \cdot 10^{-4}) / a \cdot q ,$$

m – количество тория, найденное по графику, мкг.

V – объем анализируемого образца, мл.

a – объем аликвотной части раствора, мл (5 мл).

q – масса навески анализируемого материала, г (100 г).

Составила:

доц каф.неорганической и

аналитической химии

Сманова З.А.