

*Алпысбаева Г.Ж., Антонова М.С. Фотоколориметрическое определение никеля в мельхторе
// Академия педагогических идей «Новация». Серия: Студенческий научный вестник. – 2017.
– № 06 (июнь). – АРТ 152-эл. – 0,2 п.л. - URL: <http://akademnova.ru/page/875550>*

РУБРИКА: ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

УДК 543.432

Алпысбаева Гульжазира Жанибековна

студентка 2 курса, химико-биологический факультет

e-mail: qwertysimpleplan@mail.ru

Антонова Марина Сергеевна

студентка 2 курса, химико-биологический факультет

e-mail: marinangel97@mail.ru

ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет»

г. Оренбург, Российская Федерация

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ В МЕЛЬХИОРЕ

Аннотация: В статье рассматривается фотоколориметрическое определение никеля в модельном растворе, состав которой соответствует составу мельхиора, также приводится статистическая обработка экспериментальных данных.

Ключевые слова: никель, мельхиор, диметилглиоксим.

Сайт: akademnova.ru
e-mail: akademnova@mail.ru

Alpysbaeva Gulzhazira Zhanibekovna

2nd student, faculty of chemistry and biology

e-mail: qwertysimpleplan@mail.ru

Antonova Marina Sergeevna

2nd student, faculty of chemistry and biology

e-mail: marinangel97@mail.ru

FGBOU VO "Orenburg state University"

Orenburg, Russian Federation

PHOTOCOLORIMETRIC DETERMINATION OF NICKEL IN MELHORE

Abstract: the article discusses the photocolometric determination of nickel in model solution, whose composition corresponds to the composition of nickel silver, also provides statistical analysis of experimental data.

Keywords: nickel, nickel silver, dimethylglyoxime.

Сущность работы заключается на измерении интенсивности красно-бурой окраски растворов, образующихся при взаимодействии ионов никеля со спиртовым раствором диметилглиоксима в щелочной среде и в присутствии окислителей. В качестве окислителей можно использовать бром, йод, персульфат, пероксид водорода. В данной работе применяли йод, потому что в его присутствии не окисляется избыток диметилглиоксима.

Приборы и реактивы: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$, раствор йода 0,05М, спиртовой раствор диметилглиоксима 1%, 1н раствор гидроксида натрия, $\text{HCl}_{\text{конц}}$, $\text{H}_2\text{SO}_{4\text{конц}}$, фотоколориметр КФК-2.

Порядок выполнения работы:

1) Приготовили стандартный раствор нитрата никеля с содержанием никеля 0,01 мг/мл.

2) Приготовление эталонных растворов.

В 5 мерных колб вместимостью 50 мл внесли 2, 4, 6, 8, 10 мл стандартного раствора с $T = 0,01$ мг/мл. Затем в каждую колбу добавили 1 каплю HCl (1:1), 1 мл раствора йода, 5 мл 1 н. NaOH и 1 мл раствора диметилглиоксима. Полученную смесь довели водой до метки и тщательно перемешали.

3) Приготовление раствора сравнения.

В мерную колбу вместимостью 50 мл внесли 5 мл дистиллированной воды, 1 каплю HCl (1:1), 1 мл раствора йода, 5 мл 1 н. NaOH и 1 мл раствора диметилглиоксима. Полученную смесь довели водой до метки и тщательно перемешали.

4) Выбор светофильтра.

Берут эталонный раствор с наибольшим содержанием никеля, помещают в кювету с толщиной поглощающего слоя 3 см и производят измерение светопоглощения на всех светофильтрах относительно раствора сравнения. Максимум оптической плотности был при длине волны 455 нм.

5) Измерение светопоглощения (оптической плотности) эталонных растворов и построение градуировочного графика.

Измерили оптическую плотность всех эталонных растворов при выбранном светофильтре ($\lambda=455$ нм). Данные приведены в таблице 1.

Таблица 1- Оптическая плотность эталонных растворов

V , мл	T , мг/мл	A
2	$0,4 \times 10^{-3}$	0,064
4	$0,8 \times 10^{-3}$	0,138

6	$1,2 \times 10^{-3}$	0,185
8	$1,6 \times 10^{-3}$	0,255
10	$2,0 \times 10^{-3}$	0,313

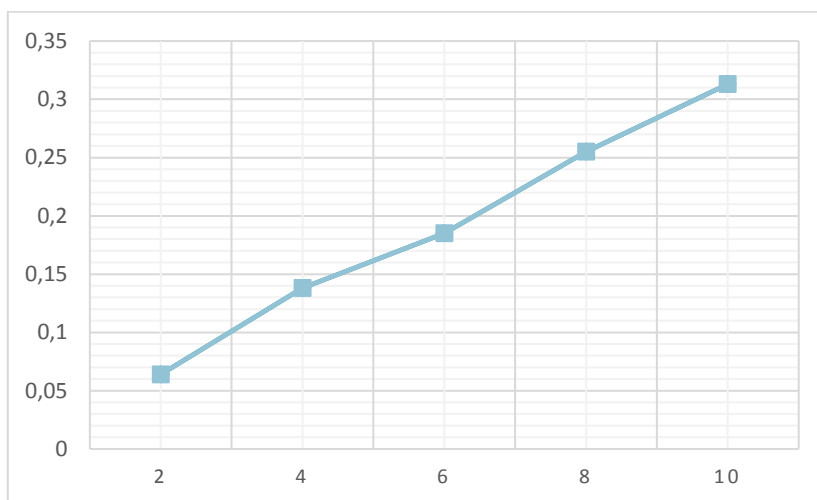


Рисунок 1 - График зависимости A(по оси Y) от V,мл(по оси X)

б) Определение никеля в модельном анализируемом растворе

Предполагается, что концентрация данного раствора равна 0,1 моль/л. Необходимо разбавить таким образом, чтобы содержание никеля в нем было максимально близко к содержанию его в эталонном растворе, то есть близко к $T = 0,01$ мг/мл. Для этого взяли 0,5 мл анализируемого раствора и разбавили в колбе на 50 мл. Затем из полученного раствора взяли аликвоту объемом 10 мл и разбавили в колбе на 50 мл. $C_{\text{раствора}} = 0,0002$ моль/л. Содержание никеля получилось равным 0,0117 мг/мл. Отсюда фотометрируем аликвоты объемами 2, 4, 6, 8, 10 мл. Результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Данные оптической плотности при фотометрировании анализируемого раствора

V, мл	A
2	0,06
4	0,153
6	0,220
8	0,275
10	0,333

Полученным значениям оптической плотности соответствуют объемы стандартного раствора, равные 2,0 мл, 4,5 мл, 7,0 мл, 8,6 мл, 10,6 мл (рисунок 2).

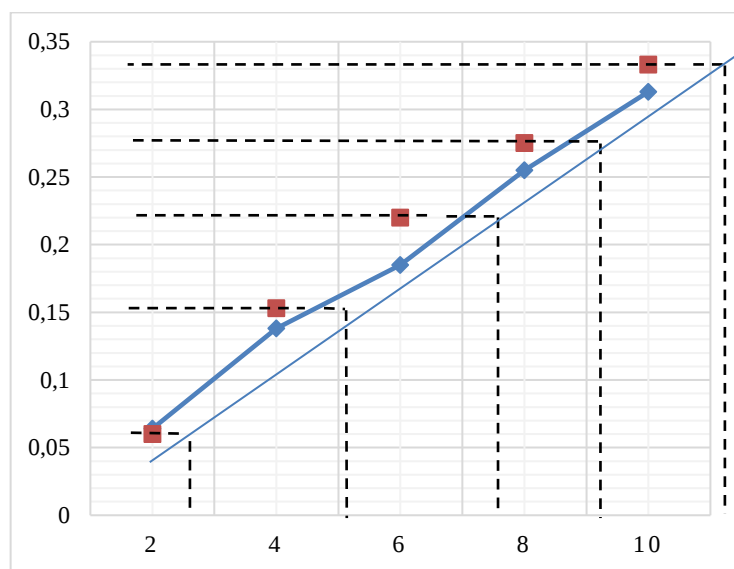


Рисунок 2- Определение объёмов анализируемого раствора по график стандартного раствора (по оси Y- значение A, по оси X- V)

7) Математическая обработка полученных результатов.

Зная уравнение градуировочного графика и метрологические характеристики параметров а и в, можно перейти к расчету результата анализа (содержания определяемого компонента) и его метрологических

характеристик. Определяемая концентрация компонента должна обязательно находиться в интервале концентраций, для которого рассчитано уравнение [1].

Данные фотометрического определения и вспомогательные расчеты при определении параметров градуировочного графика для анализируемого и стандартного растворов приведены, соответственно, в таблицах 3 и 4.

Таблица 3- Исходные данные

m (Ni), мг	0,234	0,468	0,702	0,936	1,170	X _{контр}
A(y _i)	0,0064	0,138	0,185	0,255	0,313	Y _{контр1} =0,06 Y _{контр2} =0,153 Y _{контр3} =0,220 Y _{контр4} =0,275 Y _{контр5} =0,333

Таблица 4 - Вспомогательные расчеты

y _i	x _i	x _i ²	x _i y _i	Y _i
0,064	0,234	0,055	0,015	0,0311
0,138	0,468	0,219	0,0646	0,0593
0,185	0,702	0,493	0,1299	0,0871
0,255	0,936	0,876	0,2387	0,1155
0,313	1,170	1,369	0,3662	0,1436
$\sum_{i=1}^n y_i = 0,955$	$\sum_{i=1}^n x_i = 3,51$	$\sum_{i=1}^n x_i^2 = 3,012$	$\sum_{i=1}^n x_i y_i = 0,8144$	

$$a = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = \frac{3,012 \times 0,955 - 3,51 \times 0,8144}{5 \times 3,012 - 9,072} = 0,0030$$

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = \frac{5 \times 0,8144 - 3,51 \times 0,955}{5 \times 3,012 - 9,072} = 0,1202$$

$$Y = a + bx = 0,0030 + 0,1202x$$

$$s_0^2 = \frac{\sum (y_i - Y_i)^2}{n - 2} = 2,2 \times 10^{-2}$$

$$s_a^2 = \frac{0,0217 \times 3,012}{5 \times 3,012 - 9,072} = 0,01$$

$$s_b^2 = \frac{5 \times 0,0217}{5 \times 3,012 - 9,072} = 0,018$$

$$t_{a \text{ расч}} = \frac{|a|}{s_a} = \frac{0,0030}{0,01} = 0,3$$

$$t_{a \text{ табл}} = 3,18 \rightarrow a \text{ незначимо}$$

$$\bar{y}_{\text{контр}} = 0,208 ; \bar{x}_{\text{контр}} = \frac{\bar{y}_{\text{контр}} - a}{b} = 1,708 \text{ мг}$$

$$s_{x \text{ контр}} = \frac{s_0}{b} \left[\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{n(\bar{y}_{\text{контр}} - \bar{y})^2}{b^2 [n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2]} \right]^{0,5} = 0,2$$

Значит, при отсутствии систематических погрешностей значение массы никеля в контрольной пробе находится в интервале от 1,5 до 1,9 мг.

Список использованных источников

1 Стряпков А. В., Минаева В. А., Григоренко Т. А. Математическая обработка результатов химического эксперимента/ Стряпков А.В.: учебное пособие.- Оренбург: ГОУ ОГУ, 2005.-166с. – ISBN 5-7410-0550-0.

2 Лурье Ю. Ю., Справочник по аналитической химии / Лурье Ю. Ю.- М: Химия, 4-ое издание, 1971.-456 с.

Дата поступления в редакцию: 30.05.2017 г.

Опубликовано: 02.06.2017 г.

© Академия педагогических идей «Новация». Серия «Студенческий научный вестник», электронный журнал, 2017

© Алпысбаева Г.Ж., Антонова М.С., 2017