

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬ-  
НОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания  
к практическим работам

По дисциплине: Б1.В.03.ДВ.01.02 Практические аспекты спектральных методов анализа  
указывается цикл (раздел) ОП, к которому относится дисциплина, название дисциплины

для направления подготовки (специальности) 04.04.01 Химия  
код и наименование направления подготовки (специальности)

Физическая и коллоидная химия  
наименование профиля /специализаций/образовательной программы

Квалификация выпускника, уровень подготовки магистр  
(указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО)

Форма обучения: очная

Кафедра - разработчик: Химия  
название кафедры - разработчика рабочей программы

**Пример 1.** При определении марганца в стали методом добавок навеску стали 1,04 г растворили в кислоте, объем раствора довели до 100 мл. Две аликвоты по 20 мл перенесли в две мерные колбы по 50 мл. В одну из них добавили навеску соли  $MnSO_4$ , содержащую 0,001 г  $Mn^{2+}$ . В обе колбы добавили реагент, образующий с марганцем окрашенное соединение, и объем довели до метки. При фотометрировании растворов получили следующие результаты: оптическая плотность раствора, содержащего стандарт  $A_{x+ст} = 0,610$ ; оптическая плотность раствора из навески  $A_x = 0,480$ . Найти процентное содержание марганца в стали.

*Решение.* При постоянной толщине слоя и подчинении растворов основному закону светопоглощения соотношение оптических плотностей растворов равно отношению их концентраций:

$$A_x / A_{x+ст} = c_x / (c_x + c_{ст}),$$

$$c_x = c_{ст} A_x (A_{x+ст} - A_x).$$

откуда

С учетом разбавления раствора навески и взятой аликвоты для анализа, количество марганца  $m_x$  в навеске будет

$$m_x = c_{ст} A_x V_{общ} / ((A_{x+ст} - A_{ст}) V_1),$$

где  $V_{общ}$  – объем раствора, в котором сосредоточена навеска;  $V_1$  – объем раствора, взятого для анализа.

Процентное содержание марганца в навеске

$$c_{Mn} = m_x \cdot 100/a = c_{ст} A_x V_{общ} \cdot 100 / ((A_{x+ст} - A_x) V_1 a),$$

где  $a$  – навеска образца.

$$c_{Mn} = 0,001 \cdot 0,480 \cdot 100 \cdot 100 / (0,610 - 0,480) \cdot 20 \cdot 1,04 = 1,78 \text{ \%}.$$

**Пример 2.** Молярный коэффициент светопоглощения комплекса индия с пирокатехиновым фиолетовым равен  $3,59 \cdot 10^4$  при  $\lambda = 630 \cdot 10^{-9}$  м. Найти содержание индия в растворе (в граммах на литр), если светопропускание раствора, измеренное по отношению к раствору сравнения, содержащему  $6 \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup> индия, оказалось 0,356. Измерения проведены в кюветках с толщиной слоя 1 см.

*Решение.* По величине относительного светопропускания  $T$  вычисляем оптическую плотность раствора:

$$A_x = -\lg T = -\lg 0,356 = 0,45.$$

При измерениях дифференциальным методом, согласно закону Бугера–Ламберта–Бера,

$$I_1 = 10^{\epsilon l c_0}; \quad I_2 = 10^{\epsilon l c_x}$$

или

$$\lg I_1 / I_2 = A_x = \epsilon l (c_x - c_0),$$

где  $I_1$  – интенсивность светового потока, прошедшего через раствор сравнения;  $I_2$  – интенсивность светового потока, прошедшего через исследуемый раствор;  $c_0$  – концентрация стандартного раствора, моль/дм<sup>3</sup>;  $c_x$  – концентрация исследуемого раствора, моль/дм<sup>3</sup>. Молярная концентрация раствора

$$c_x = (A_x + \epsilon c_0) / \epsilon l = (0,45 + 3,59 \cdot 10^4 \cdot 6 \cdot 10^{-5}) / 3,59 \cdot 10^4 \cdot 1 = 7,25 \cdot 10^{-5} \text{ моль/дм}^3.$$

$$\text{Концентрация } c = c_x \cdot M_{In} = 7,25 \cdot 10^{-5} \cdot 114,8 = 8,32 \cdot 10^{-3} \text{ г/дм}^3.$$

**Пример 3.** Исследуемый раствор имеет оптическую плотность 0,90 при измерении в кювете с толщиной слоя 5 см. Чему равна его концентрация, если стандартный раствор, содержащий 5 мкг/мл этого же вещества, имеет оптическую плотность 0,60 при измерении в кювете с толщиной слоя 3 см?

*Решение.* На основании основного закона светопоглощения  $A = \epsilon l c$ , следовательно, для сравниваемых растворов можно написать:

$$A_{ст} = \epsilon l_{ст} c_{ст} \quad \text{и} \quad A_x = \epsilon l_x c_x.$$

Разделив одно равенство на другое, получим

$$A_x / A_{ст} = l_x c_x / (l_{ст} c_{ст}),$$

$$\text{откуда } c_x = A_x l_{ст} c_{ст} / (l_x A_{ст}) = 0,9 \cdot 3 \cdot 5 / (0,6 \cdot 5) = 4,5 \text{ мкг/мл}.$$

**Пример 4.** Определить коэффициент поглощения окрашенного раствора, если известно, что при прохождении через слой этого раствора толщиной 5 см первоначальная интенсивность светового потока уменьшилась в 5 раз.

$$\text{Решение. } \lg(I_0 / I) = k l; \quad k = \lg(I_0 / I) / l = \lg(I / 0,2) / 5 = 0,699 / 5 = 0,14,$$

где  $I_0$  – интенсивность падающего света;  $I$  – интенсивность выходящего света;  $k$  – коэффициент поглощения;  $l$  – толщина слоя окрашенного раствора.

*Пример 5.* Определить молярный коэффициент светопоглощения окрашенного раствора, оптическая плотность которого при максимальном поглощении монохроматического излучения в кювете с толщиной слоя 5 см равна 0,75. Концентрация растворенного железа составляет 0,05 мг в 50 мл.

*Решение.*

$$A = \varepsilon lc;$$

$$c = m_{\text{Fe}} / (V M_{\text{Fe}}),$$

где  $A$  – оптическая плотность;  $\varepsilon$  – молярный коэффициент светопоглощения при данной длине волны  $\lambda$ ;  $c$  – молярная концентрация окрашенного раствора;  $m$  – масса вещества в объеме раствора;  $M$  – молярная масса вещества.

$$\varepsilon = A / (lc) = A / (l m_{\text{Fe}} / M_{\text{Fe}}) = \frac{0,75}{\frac{5}{50} \cdot \frac{0,05}{56}} = \frac{0,75}{8,95 \cdot 10^{-5}} = 8,38 \cdot 10^3$$

1. Какая толщина слоя окрашенного раствора требуется для ослабления начального потока света в 10 раз, если молярный коэффициент поглощения раствора равен  $4,96 \cdot 10^3$ , а концентрация  $1 \cdot 10^{-4}$  моль/дм<sup>3</sup>.

2. При определении марганца в виде перманганата оптическая плотность раствора, содержащего 0,06 мг марганца в 50 мл раствора, измеренная при  $\lambda = 455$  нм в кювете с толщиной слоя 2 см, равна 0,110. Вычислите значение молярного коэффициента поглощения перманганата.

3. Молярный коэффициент поглощения окрашенного комплекса никеля с  $\alpha$ -бензоиндиоксимом при длине волны  $\lambda = 406$  нм равен 12000. Найти содержание никеля в растворе, если его светопропускание в кювете с толщиной слоя 1 см равняется 0,274.

4. Оптическая плотность раствора формальдоксима марганца с концентрацией 0,07 мг марганца в 100 мл раствора, измеренная при длине волны 455 нм в кювете с толщиной слоя 2 см, равна 0,280. Вычислить значение кажущегося молярного коэффициента светопоглощения.

5. В результате спектрофотометрического определения никеля с диметилглиоксимом в растворе с концентрацией хлорида никеля 0,052 мг в 50 мл раствора получена оптическая плотность 0,324 при измерении в кювете с толщиной слоя 2 см и длине волны 470 нм. Вычислить значение кажущегося коэффициента светопоглощения.

6. Оптическая плотность исследуемого раствора равна 0,205. Вычислить светопоглощение раствора в процентах.

7. Светопоглощение раствора бихромата калия составляет 54,3 % при длине волны 410 нм. Рассчитать оптическую плотность этого раствора.

8. Рассчитать минимальную массу железа (III) в миллиграммах, определяемую по реакции с сульфосалициловой кислотой, при толщине слоя 5 см и минимальном объеме окрашенного раствора 15 мл. Молярный коэффициент поглощения равен 4000. Оптическая плотность раствора должна быть не ниже 0,02.

9. Оптическая плотность раствора роданидного комплекса железа  $[\text{FeSCN}]^{2+}$ , содержащего 1 мкг/мл железа, измеренная при  $\lambda = 480$  нм в кювете с  $l = 1$  см, равна 0,126. Вычислите значение молярного коэффициента поглощения комплекса.

10. Значение молярного коэффициента светопоглощения сульфосалицилата железа при длине волны 430 нм равно  $1,6 \cdot 10^3$ . Рассчитайте, каково содержание железа (в миллиграммах) в стандартных растворах, приготовленных в мерных колбах на 100 мл, чтобы оптическая плотность при измерении в кюветах с толщиной слоя 1 см укладывалась в интервал значений от 0,1 до 1,0.

11. При определении железа в сточных водах 2,5 дм<sup>3</sup> воды упарили до 50 мл и 15 мл этого раствора после добавления роданида аммония довели водой до 25 мл. Оптическая плотность этого раствора оказалась равной 0,272. Из стандартного раствора, приготовленного растворением 0,0586 г чистого оксида железа (III) в 250 мл кислоты, отобрали 3,5 мл раствора, добавили роданид аммония и разбавили до 100 мл. Оптическая плотность этого раствора при той же толщине слоя равна 0,580. Рассчитать содержание железа в воде (в миллиграммах на дм<sup>3</sup>).

12. Молярный коэффициент светопоглощения  $\alpha$ -фурилдиоксима никеля в хлороформе составляет  $1,9 \cdot 10^4$ . Какое минимальное процентное содержание никеля в алюминии может быть определено этим реагентом, если навеска алюминия не должна превышать 1 г, максимальный объем хлороформенного экстракта составляет 10 мл, толщина слоя в кювете равна 5 см, минимальная оптическая плотность раствора 0,020, при которой ошибка измерения не превышает 10 %?

13. Содержание меди в полупроводниковых материалах  $1 \cdot 10^{-6}$  %. Какой минимальный молярный коэффициент поглощения должен быть у соединения меди, в виде которого медь определяют спектрофотометрически, если навеска образца не превышает 1 г, конечный объем раствора не менее 5 мл, толщина кюветы 5 см, минимальное значение оптической плотности, при которой ошибка не превышает 10 %, составляет 0,015?

14. Оптическая плотность окрашенного раствора железа, приготовленного из 5 мл анализируемого раствора, равна 0,45, значение оптической плотности такого же раствора с добавкой 100 мкг железа, измеренного в тех же условиях, составляет 0,85. Рассчитать содержание железа в 100 мл исследуемого раствора.

15. Определить коэффициент поглощения раствора, если при прохождении светового потока через слой толщиной в 5 см его интенсивность уменьшается в 7,5 раз.

16–20. При определении ванадия методом добавок навеску стали растворили, объем раствора довели до 50 мл. Затем аликвоты раствора по 20 мл отобрали в две мерные колбы на 50 мл. В одну из них добавили навеску ванадия, содержащую 0,0030 г металла, и объем раствора довели до метки. Вычислить процентное содержание ванадия в стали по следующим результатам:

№ задачи	16	17	18	19	20
Навеска стали, г	0,500 0	0,782 8	0,968 0	0,657 2	0,252
$A_x$	0,200	0,254	0,282	0,235	0,352
$A_{x+ст}$	0,483	0,520	0,484	0,496	0,506

21. Светопропускание раствора окрашенного вещества при  $\lambda = 730$  нм в кювете с  $l = 3$  см равно 23,6 %. Какова оптическая плотность этого раствора в кювете с  $l = 1$  см?

22. Рассчитать поглощение раствора, содержащего  $1 \cdot 10^{-4}$  моль металла и  $1/10^{-2}$  моль реагента, если известно, что значения молярного коэффициента поглощения для комплекса  $MR_2$  и реагента R при выбранной длине волны соответственно 10000 и 10. Измерение проводят в кювете с  $l = 1$  см. В условиях определения весь металл находится в виде комплексного соединения.

23. Рассчитать концентрацию никеля (II) в растворе, оптическая плотность которого равна 0,350, если известно, что стандартный раствор с концентрацией 1,5 мг/мл имеет оптическую плотность 0,265, а с концентрацией 3,0 мг/мл – 0,520. Исследуемый и стандартный растворы готовились для фотометрирования в одинаковых условиях. Измерения проводили при  $\lambda = 540$  нм в кювете с  $l = 2$  см.

24. Алюминий (III) образует с 8-оксихинолином внутрикомплексное соединение состава  $Al(C_9H_6ON)_3$ , молярный коэффициент поглощения которого при  $\lambda = 395$  нм равен  $7,3 \cdot 10^3$ . Рассчитать молярную концентрацию Al(III) в растворе, если оптическая плотность его при измерении в кювете с  $l = 3$  см равна 0,782.

25–29. При определении титана методом добавок навеску стали, а растворили, объем раствора довели до 50 мл. Аликвоты раствора по 20 мл отобрали в две мерные колбы по 50 мл, в одну из них добавили навеску соли, содержащую 0,0010 г титана. В обе колбы добавили перекись водорода и объем довели до метки. Вычислить содержание титана в стали по результатам фотометрирования:

№ задачи	25	26	27	28	29
Навеска стали, г	0,5000	0,4828	0,4600	0,6155	0,5586
$A_x$	0,222	0,190	0,208	0,255	0,230
$A_{x+ст}$	0,443	0,394	0,421	0,450	0,404

30. При прохождении света через раствор толщиной 0,5 см интенсивность света понизилась в 1,2 раза. Определить интенсивность света, пропущенного через этот раствор, при толщине слоя 3 см.

31. При прохождении света через раствор толщиной 1 см интенсивность света понизилась на 8 %. Определить интенсивность света, пропущенного через этот раствор при толщине слоя 5 см.

32–36. Для построения калибровочного графика при определении фосфора в виде фосформolibденового комплекса приготовили раствор 0,25 г  $Na_2HPO_4$  в 100 мл воды. Указанные

ниже объемы этого раствора после соответствующей обработки разбавили водой до 25 мл. При фотометрировании их были получены следующие результаты:

Объем стандартного раствора, мл	0,10	0,25	0,50	1,00	1,50	2,00
Оптическая плотность, $A_{ст}$	0,069	0,108	0,132	0,220	0,315	0,454

Навеску полупроводникового материала  $a$  растворили и после соответствующей обработки довели до объема  $V_x$ . Его окраску усилили добавлением объема  $V_{ст}$ , указанного выше раствора, при этом оптическая плотность раствора оказалась  $A_{x+ст}$ . Определить процентное содержание фосфора в пробе.

№ задачи	32	33	34	35	36
Навеска стали, г	0,391 5	0,644 9	0,523 3	0,712 8	0,513 9
$V_x$ , мл	50	100	50	50	25
$V_{ст}$ , мл	1,5	2,0	1,0	0,50	0,25
$A_{x+ст}$	0,150	0,140	0,157	0,328	0,134

37–41. Из навески стали (в граммах) после соответствующей обработки получили 1000 мл окрашенного раствора диметилглиоксимата никеля. Относительная оптическая плотность этого раствора, измеренная по отношению к раствору сравнения, содержащему 30 мг никеля в 1000 мл, оказалась  $A_{x\text{отн}}$ . Относительные оптические плотности четырех стандартных растворов, содержащих  $q$  миллиграммов Ni в 1000 мл раствора, оказались следующими:

$q$ Ni, мг	9,0	15,0	18,0	24,0
$A_{x\text{отн}}$	0,220	0,483	0,607	0,675

Построить калибровочный график в координатах  $A_{x\text{отн}} - (c_{сп} - c_{ст})$  и определить процентное содержание никеля в стали.

№ задачи	37	38	39	40	41
Навеска стали, г	0,175 0	0,216 2	0,317 0	0,255 5	0,20 51
$A_{x\text{отн}}$	0,782	0,664	0,373	0,550	0,47 5

42–46. Для определения кремния в сталях в виде кремнемолибденового комплекса был построен график по кислородной двуокиси кремния. При этом были получены следующие результаты:

Содержание кремния $SiO_2$ , мг/мл	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20
Оптическая плотность, $A$	0,154	0,292	0,436	0,610	0,743	0,905

Навеску стали растворили и после соответствующей обработки получили 100 мл окрашенного раствора кремнемолибденового комплекса, при этом оптическая плотность раствора оказалась  $A_x$ . Определить процентное содержание кремния в стали.

№ задачи	42	43	44	45	46
Навеска стали, г	0,3 481	0,2 791	0,6 153	0,5 017	0,4 713
$A_x$	0,4 72	0,3 17	0,7 20	0,5 26	0,6 87

47–51. Для определения примеси алюминия в силикате кальция навеска силиката сплавлялась с содой, растворялась в объеме  $V$  и аликвотная часть раствора 20 мл отбиралась для приготовления окрашенного раствора алюминия. Оптическая плотность этого раствора была  $A_x$ .

№ задачи	47	48	49	50	51
Навеска, г	0,5 018	0,6 812	0,1 270	0,4 176	0,3 911
Объем раствора $V$ , мл	20 0	25 0	10 0	15 0	20 0

Оптическая плотность $A_x$	0,5 50	0,7 82	0,2 35	0,4 22	0,5 73
----------------------------	-----------	-----------	-----------	-----------	-----------

Для построения калибровочного графика навеску оксида алюминия 0,2096 г растворили в кислоте и после соответствующей обработки получили 100 мл окрашенного раствора, при этом оптическая плотность указанных объемов, разбавленных до 25 мл, оказалась равной:

Объем стандартного раствора $V$ , мл	2	4	6	8	10
Оптическая плотность $A_x$	0,205	0,414	0,643	0,836	1,02

Рассчитать процентное содержание примеси алюминия в силикате кальция.

52–57. Содержание бензола в циклогексане определяют, измеряя поглощение при  $\lambda = 254$  нм. Циклогексан не поглощает электромагнитное излучение при этой длине волны.

Для приготовления эталонного раствора была взята навеска бензола 0,0165 г и доведена чистым циклогексаном до объема 100 мл. Объемы  $V_{ст}$  этого раствора были отобраны и разбавлены до объема 25 мл. Оптическая плотность этих растворов, измеренная при длине волны  $\lambda = 254,2$  нм на спектрофотометре СФ-16 в кювете с толщиной слоя 1 см, оказалась равной:

Объем стандартного раствора $V_{ст}$ , мл	0,10	0,20	0,35	0,50	0,60
Оптическая плотность $A_x$	0,170	0,365	0,582	0,843	1,01

Рассчитать содержание бензола в циклогексане (в молях на литр), если на анализ была взята проба циклогексана объемом  $V_{обр}$ , а оптическая плотность раствора составляла  $A_x$  при толщине слоя в кювете 1 см.

<b>№ задачи</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>5</b>
	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>
Объем образца, $V_{обр}$	6	10	5	8	7	5,5
Толщина слоя $l$ , см	2	3	1	4	5	2
Оптическая плотность $A_x$	0,415	0,540	0,862	1,34	1,17	0,936

58–63. Для определения содержания молибдена в стали при построении калибровочного графика взяли навеску молибдата аммония 0,2005 г, поместили в мерную колбу на 500 мл и объем довели до метки. Для измерения оптической плотности стандартного раствора отбирали  $V_{ст}$  мл этого раствора в колбу на 200 мл, добавляли 4 мл 20 %-го раствора NaOH и доводили объем до метки. Оптическая плотность стандартных растворов, измеренная при  $\lambda = 230$  нм, равна

Объем стандартного раствора $V_{ст}$ , мл	1	2	4	6	8	10
Оптическая плотность $A_x$	0,078	0,164	0,290	0,445	0,582	0,737

Навеску стали растворили в смеси хлороводородной и азотной кислоты и после соответствующей обработки объем раствора довели до 100 мл. Из этого объема отбирали  $V_x$  миллилитров раствора в мерную колбу на 200 мл, объем доводили до метки и измеряли оптическую плотность  $A_x$  этого раствора. Вычислить содержание молибдена в стали.

<b>№ задачи</b>	<b>5</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>	<b>6</b>
	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>0</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
Навеска стали, г	0,4112	0,2817	0,3766	0,6089	0,5903	0,4008
Оптическая плотность $A_x$	0,370	0,405	0,572	0,634	0,715	0,293
Объем раствора $V_x$ , мл	5,0	1,0	3,5	2,0	1,0	1,5