

# Визначення концентрації катіонів у водних розчинах (методичні вказівки)



**Назарій ДАНИЛЮК**  
**Олександр ШИЙЧУК**



УДК 543.3

Рекомендовано до друку Вченою радою факультету природничих наук «Прикарпатського національного університету імені Василя Стефаника»

**Рецензенти:**

**Миرونюк Іван Федорович**, завідувач кафедри хімії Прикарпатського національного університету імені Василя Стефаника, доктор хімічних наук, професор

**Татарчук Тетяна Романівна**, доцент кафедри хімії, директор навчально-наукового центру хімічного матеріалознавства та нанотехнологій Прикарпатського національного університету імені Василя Стефаника, кандидат хімічних наук, доцент

**Данилюк Н.В., Шийчук О.В.** Практикум спектрофотометричного аналізу: [Електронний ресурс] / *Назарій Володимирович Данилюк, Олександр Васильович Шийчук. Визначення концентрації катіонів у водних розчинах: Методичні вказівки.* / Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника. – Івано-Франківськ, 2024. – 19 с.

Навчальний посібник містить методичні вказівки з курсу «Практикум спектрофотометричного аналізу». Посібник містить наступні розділи: визначення концентрації іонів  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  та  $\text{Cu}^{2+}$ . Розглянуто та детально описано методики визначення представлених аналітів. Окремий підрозділ присвячено визначенню концентрації мідного електроліту спектрофотометричним методом. Навчальний посібник призначений для студентів та аспірантів, які навчаються за спеціальністю 102 Хімія.

© Данилюк Н.В., Шийчук О.В., 2024

© Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника, 2024



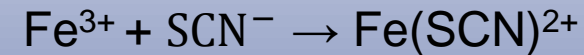
# Зміст

1. Визначення концентрації іонів  $\text{Fe}^{3+}$ .
2. Визначення твердості води.
3. Визначення концентрації іонів  $\text{Al}^{3+}$ .
4. Визначення концентрації іонів  $\text{Cu}^{2+}$ .
5. Список використаних джерел.

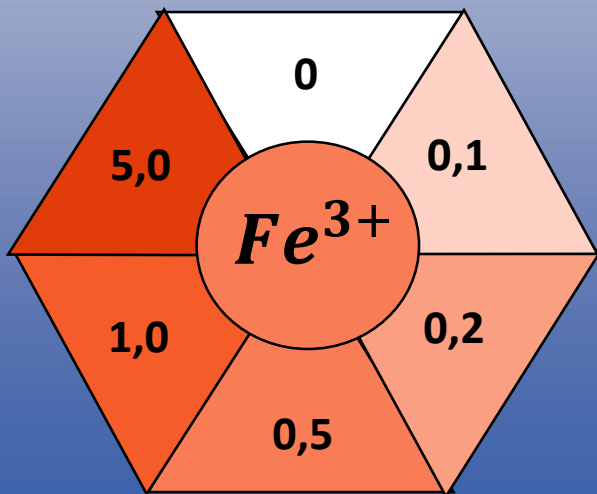


## Визначення концентрації іонів $Fe^{3+}$

В кислому середовищі іони феруму ( $Fe^{3+}$ ) реагують з роданід-іонами ( $SCN^-$ ), утворюючи комплекс помаранчевого кольору  $[Fe(SCN)]^{2+}$ , з максимальним світлопоглинанням  $\lambda = 486$  нм. У водних розчинах колір комплексу стабільний протягом 30 хв, проте на його стійкість впливають декілька факторів: а) концентрація роданіду; б) рН розчину; в) іонна сила розчину; г) вплив променів світла. Додавання окисників, таких як натрій персульфат або пероксид водню, підвищує стабільність кольору, оскільки іони  $Fe^{3+}$  не відновлюються до  $Fe^{2+}$ [1]. Хімізм процесу описується наступним рівнянням:



Визначенню перешкоджають, іони:  $Bi^{3+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Sb^{3+}$ ,  $F^-$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $Hg^+$ ,  $Ag^+$  та їх солі, які спричиняють мутність розчину. При наявності високих концентрацій  $Ni^{2+}$  і  $Co^{2+}$  можна проводити вимірювання в присутності лимонної кислоти, як маскуючого агенту.





**ПРАКТИКУМ  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО  
АНАЛІЗУ**

**ПРИКАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ ІМ. В. СТЕФАНИКА**



**Реактиви:**

- розчин сульфатної кислоти:  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (96 %);
- розчин нітратної кислоти:  $\text{HNO}_3$  (1:1);
- розчин калій тiocіанату:  $\text{KSCN}$  (10 %);
- розчин амоній ферум (III) сульфат додекагідрату (залізо-амонійний галун): стандартний розчин:  $\text{C}(\text{Fe}^{3+}) = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ; робочий розчин:  $\text{C}(\text{Fe}^{3+}) = 0,01 \text{ мг/см}^3$ .

2

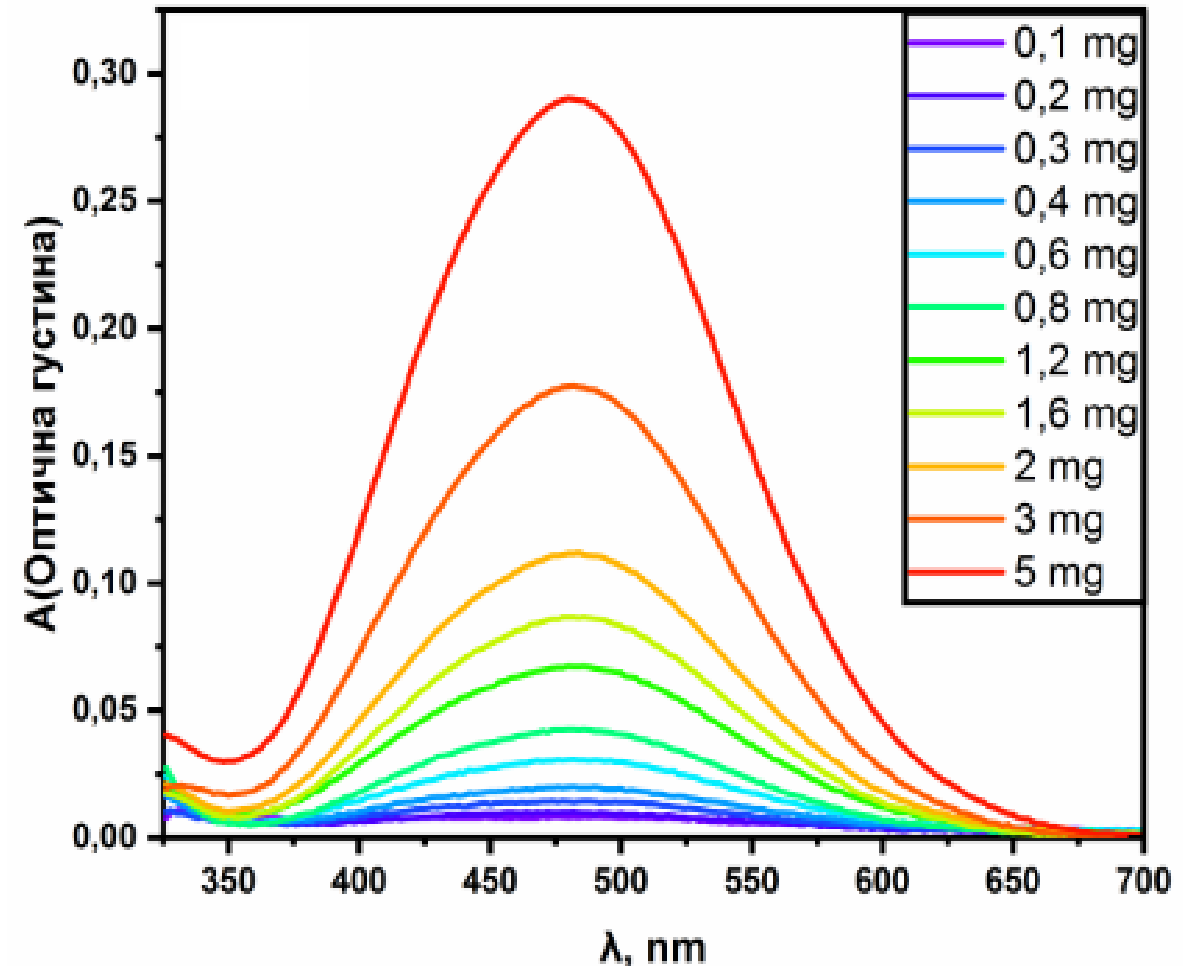




### Методика проведення аналізу:

1. Помістити  $20 \text{ cm}^3$  проби води (розчини в діапазоні концентрацій  $0,0\text{-}5,0 \text{ mg Fe}^{3+}/\text{l}$ ) у мірну колбу на  $50 \text{ cm}^3$ .
2. Додати  $2 \text{ cm}^3 \text{ HNO}_3$  і  $4 \text{ cm}^3 \text{ KSCN}$ .
3. Довести до мітки дистильованою водою.
4. Через 5 хвилин вимірюють світлопоглинання на довжині хвилі  $486 \text{ nm}$  в кюветі на  $5 \text{ mm}$ , відносно розчину порівняння.

3





Калібрувальну лінію представляють як лінійну залежність в діапазоні концентрацій 0,0 – 5,0 мг Fe<sup>3+</sup>/л у вигляді:

$$A = 0,05826 * c - 0,00241 \quad (R^2 = 0.999)$$

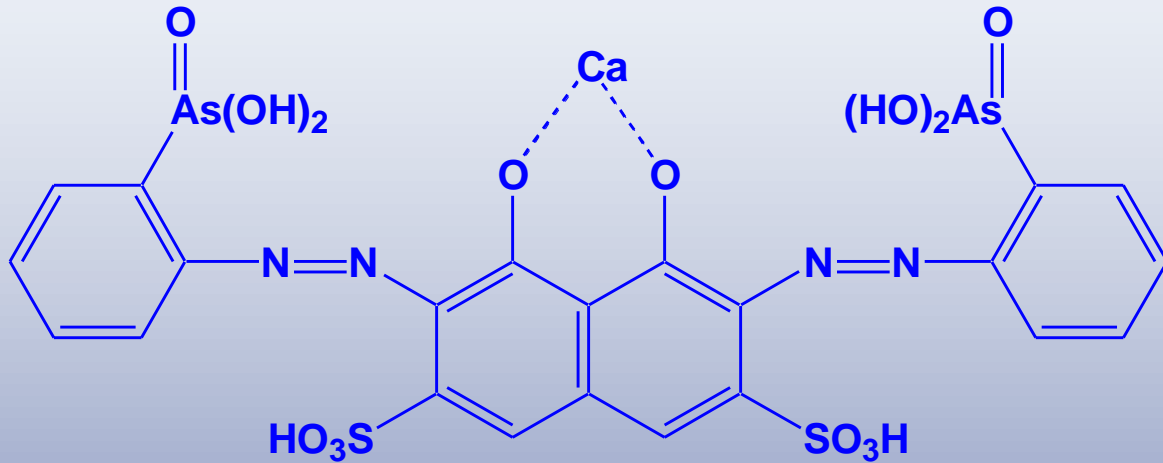
де A – оптична густина, а c - концентрація Fe<sup>3+</sup> в мг/л.

Для n мілілітрів, взятих для проведення аналізу, концентрацію Fe<sup>3+</sup> можна обчислити за співвідношенням:

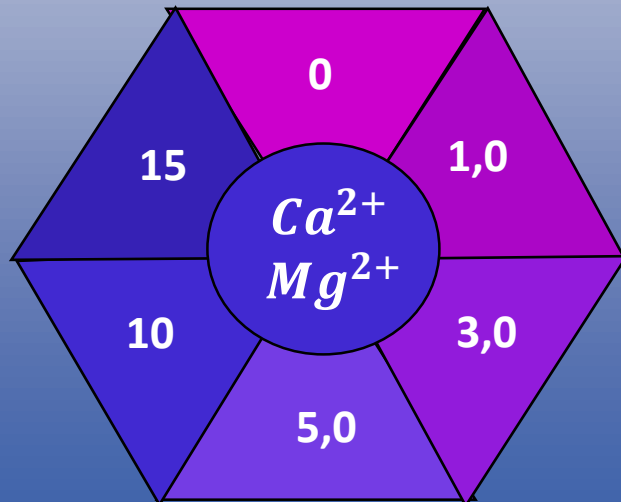
$$c = \frac{50}{n} * \frac{A+0,00241}{0.05826}$$



## Визначення твердості води



Барвник Арсеназо III утворює забарвлений комплекс з іонами кальцію та магнію при рН 6.5. Інтенсивність темно-синього кольору пропорційна концентрації іонів металів у розчині. Формування комплексу супроводжується утворенням двох чітко виражених піків при 610 і 658 нм. Два максимуми також зустрічаються в спектрах комплексів арсеназо III зі стронцієм, барієм та іншими металами. Це пояснюється індуктивним ефектом двох кон'югованих систем реагенту [2].





### Реактиви:

1. Фосфатна буферна суміш (рН = 5.4-8).
2. Розчин Арсеназо III ( $10^{-3}$  моль/л).
3. Розчин кальцій хлориду: стандартний розчин:  $C(\text{Ca}^{2+}) = 5,0 \text{ мг/см}^3$ ; робочий розчин:  $C(\text{Ca}^{2+}) = 0,05 \text{ мг/см}^3$ .
4. Розчин магній нітрату: стандартний розчин:  $C(\text{Mg}^{2+}) = 2,0 \text{ мг/см}^3$ ; робочий розчин:  $C(\text{Mg}^{2+}) = 0,02 \text{ мг/см}^3$ .





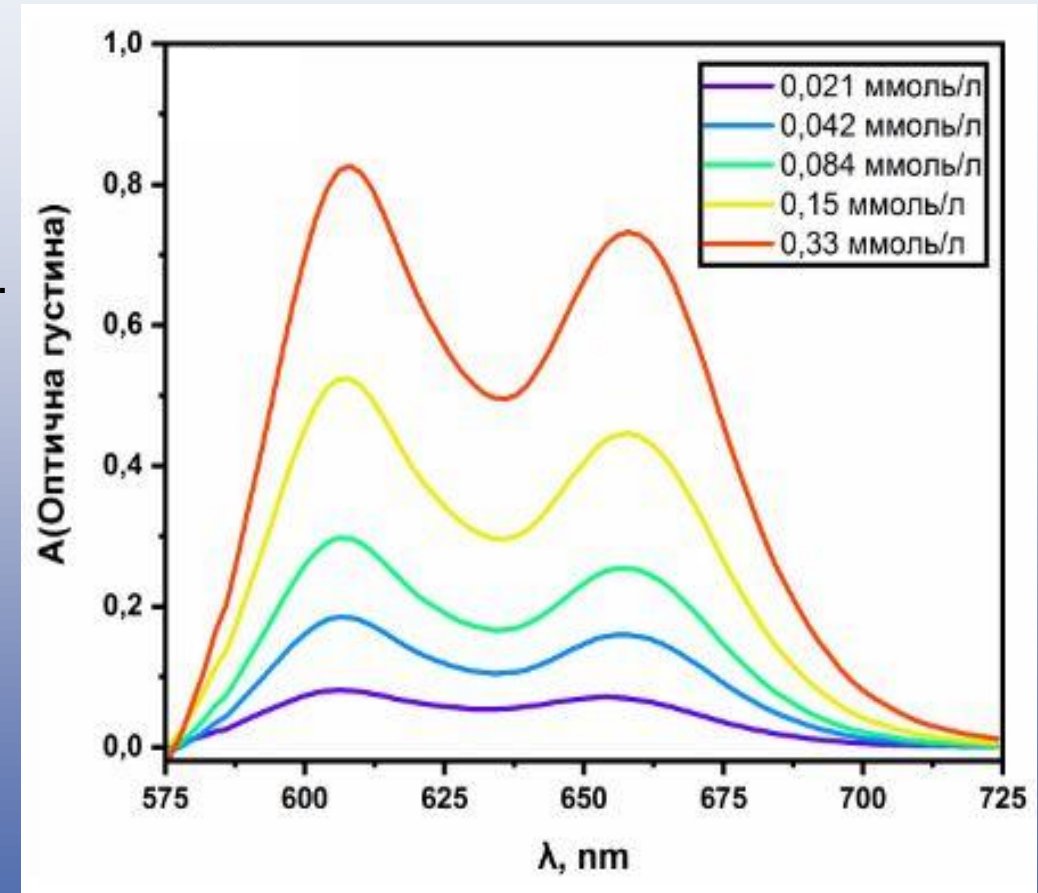
## ПРАКТИКУМ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО АНАЛІЗУ

ПРИКАРПАТСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ ІМ. В. СТЕФАНИКА



### Методика проведення аналізу:

1. Помістити  $20 \text{ см}^3$  проби (розчини в діапазоні концентрацій  $0,0-0,33 \text{ ммоль/дм}^3$ ) у мірну колбу на  $50 \text{ см}^3$ .
2. Додати  $5 \text{ см}^3$  фосфатної буферної суміші і  $3 \text{ см}^3$  арсеназо III.
3. Довести до мітки дистильованою водою.
4. Через 10-15 хвилин виміряти світлопоглинання на довжині хвилі  $606 \text{ нм}$  в кюветі з оптичним шляхом  $10 \text{ мм}$ , відносно розчину порівняння.





ПРАКТИКУМ  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО  
АНАЛІЗУ



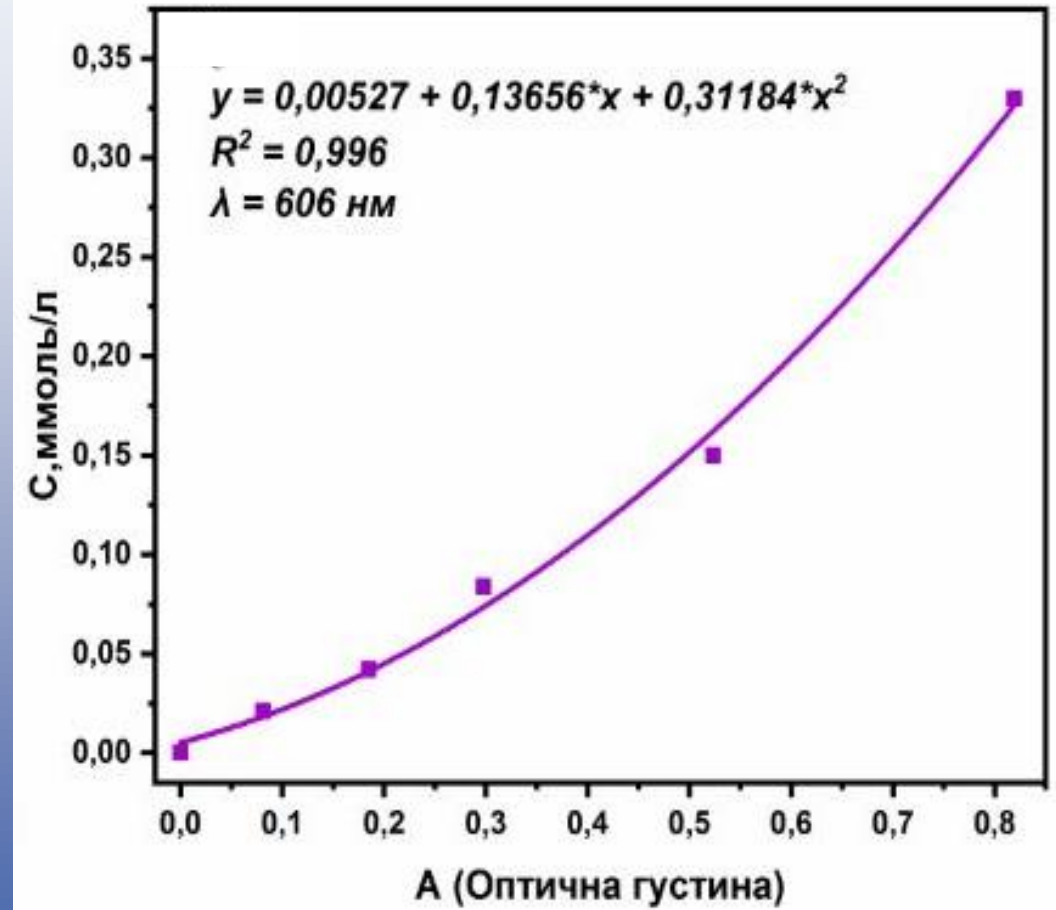
Калібрувальну лінію представляють, як лінійну залежність в діапазоні концентрацій 0,0 – 0,33 ммоль/дм<sup>3</sup> у вигляді:

$$C = 0,00527 + 0,13656 * A + 0,31184 * A^2 \quad (R^2 = 0.996)$$

де  $A$  – оптична густина, а  $C$  - концентрація ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ ) в ммоль/дм<sup>3</sup>.

Для  $n$  мілілітрів, взятих для проведення аналізу, концентрацію ( $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ ) можна обчислити за рівнянням:

$$C = \frac{50}{n} * (0,00527 + 0,13656 * A + 0,31184 * A^2)$$

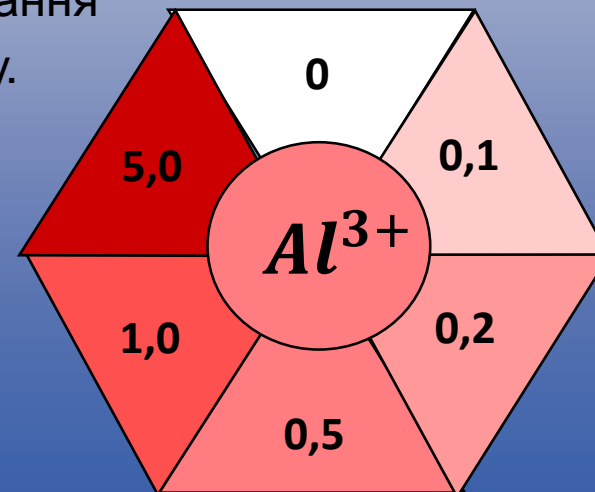
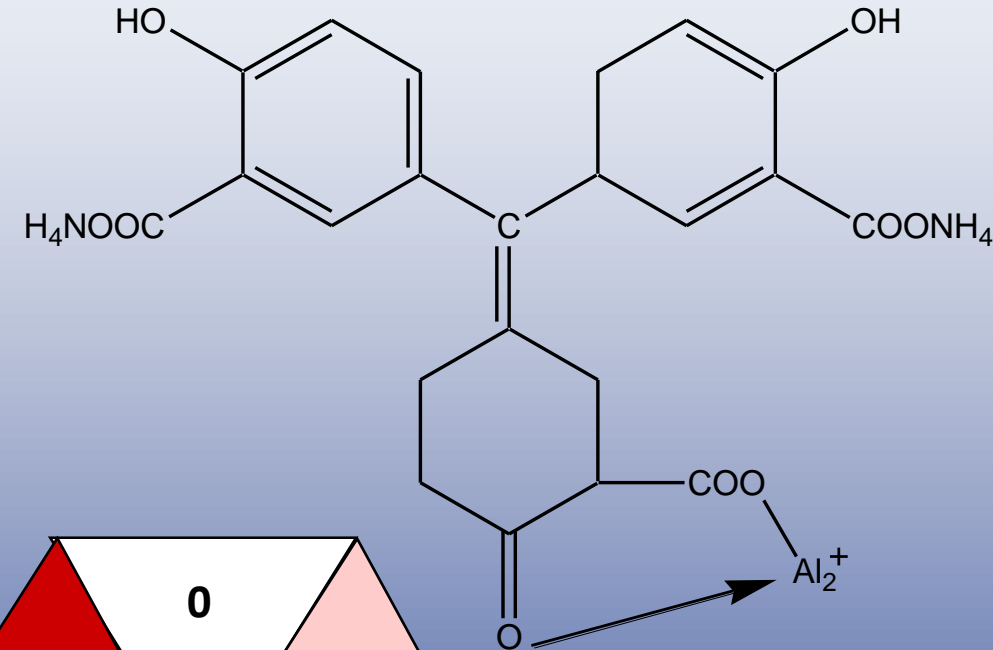




## Визначення концентрації іонів $Al^{3+}$

Алюмініон (амонійна сіль ауринтрикарбонової кислоти) утворює з іонами алюмінію складний комплекс забарвлений у яскраворожевий колір. Співвідношення алюмініон : алюміній у комплексі становить 1:1 [3].

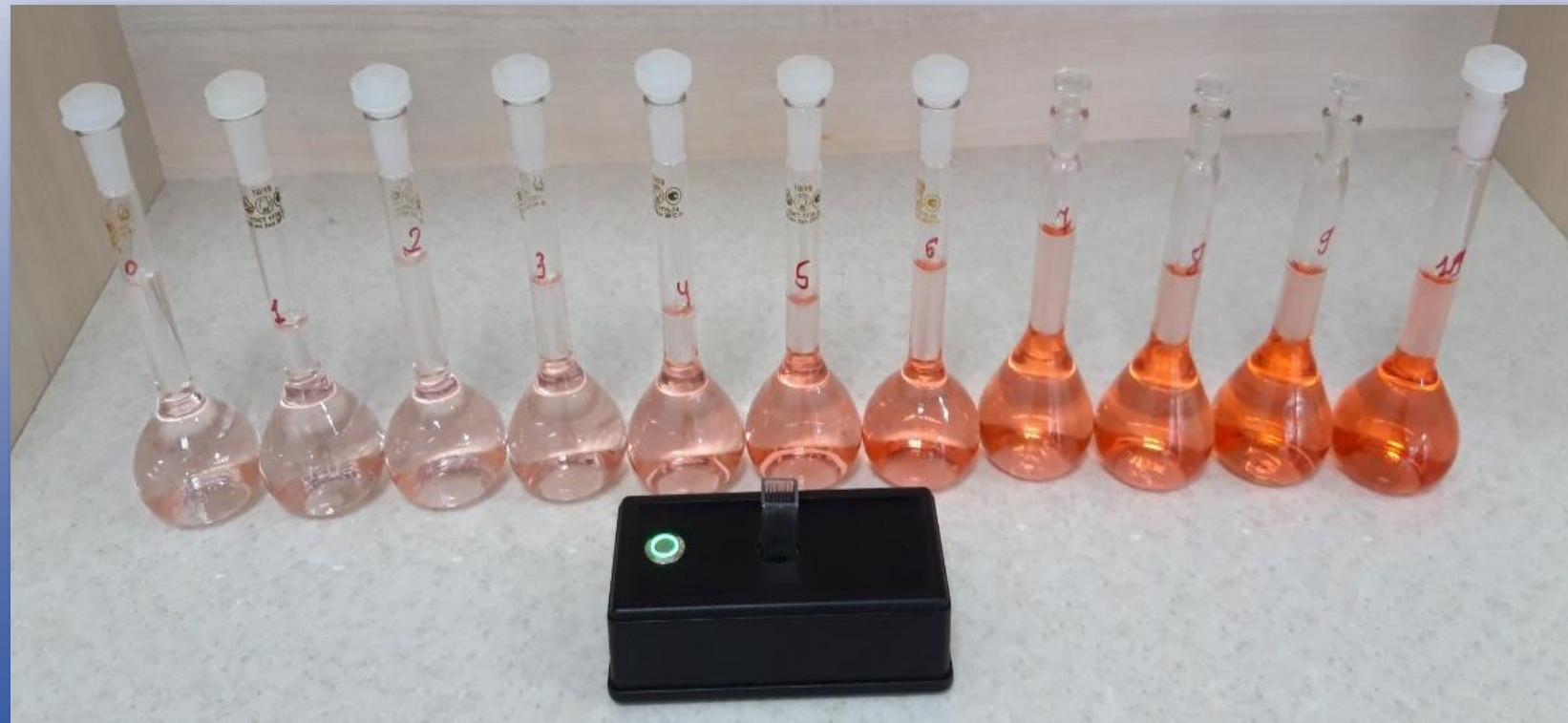
На утворення комплексної сполуки впливає температура і рН розчину. Межа виявлення становить 0,05 мг  $Al^{3+}$ /л. Заважають визначенню іони заліза, фториди, сірководень, хлориди, а також забарвлені речовини і мутність води. Для зв'язування іонів феруму у розчині використовують тіогліколеву кислоту.





### Реактиви:

1. Розчин оцтової кислоти  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (80 %);
2. Водний розчин алюмінію (1 г/л);
3. Розчин алюміній сульфату: стандартний розчин:  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,1 \text{ мг/см}^3$ ; робочий розчин:  $C(\text{Al}^{3+}) = 0,01 \text{ мг/см}^3$ .

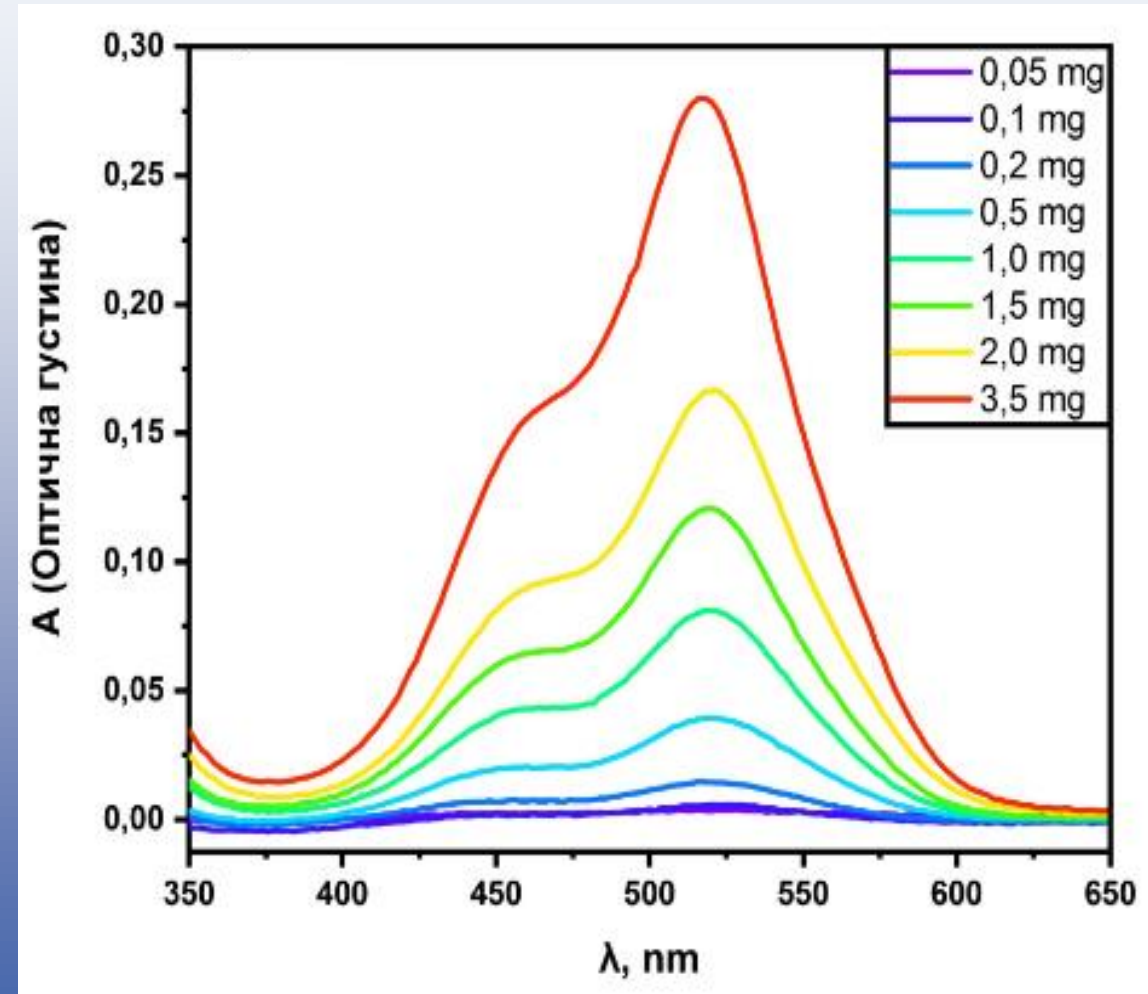




### Методика проведення аналізу:

1. Помістити 20 см<sup>3</sup> проби (розчини в діапазоні концентрацій 0,0-3,5 Al<sup>3+</sup> мг/л) у мірну колбу на 50 см<sup>3</sup>.
2. Додати 0,8 см<sup>3</sup> CH<sub>3</sub>COOH (80 %) та 1 см<sup>3</sup> розчину алюмінію (1 г/л).
3. Довести до мітки дистильованою водою.
4. Через 30-40 хвилин виміряти світлопоглинання на довжині хвилі 520 нм в кюветі з оптичним шляхом 10 мм, відносно розчину порівняння.

3





ПРАКТИКУМ  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО  
АНАЛІЗУ



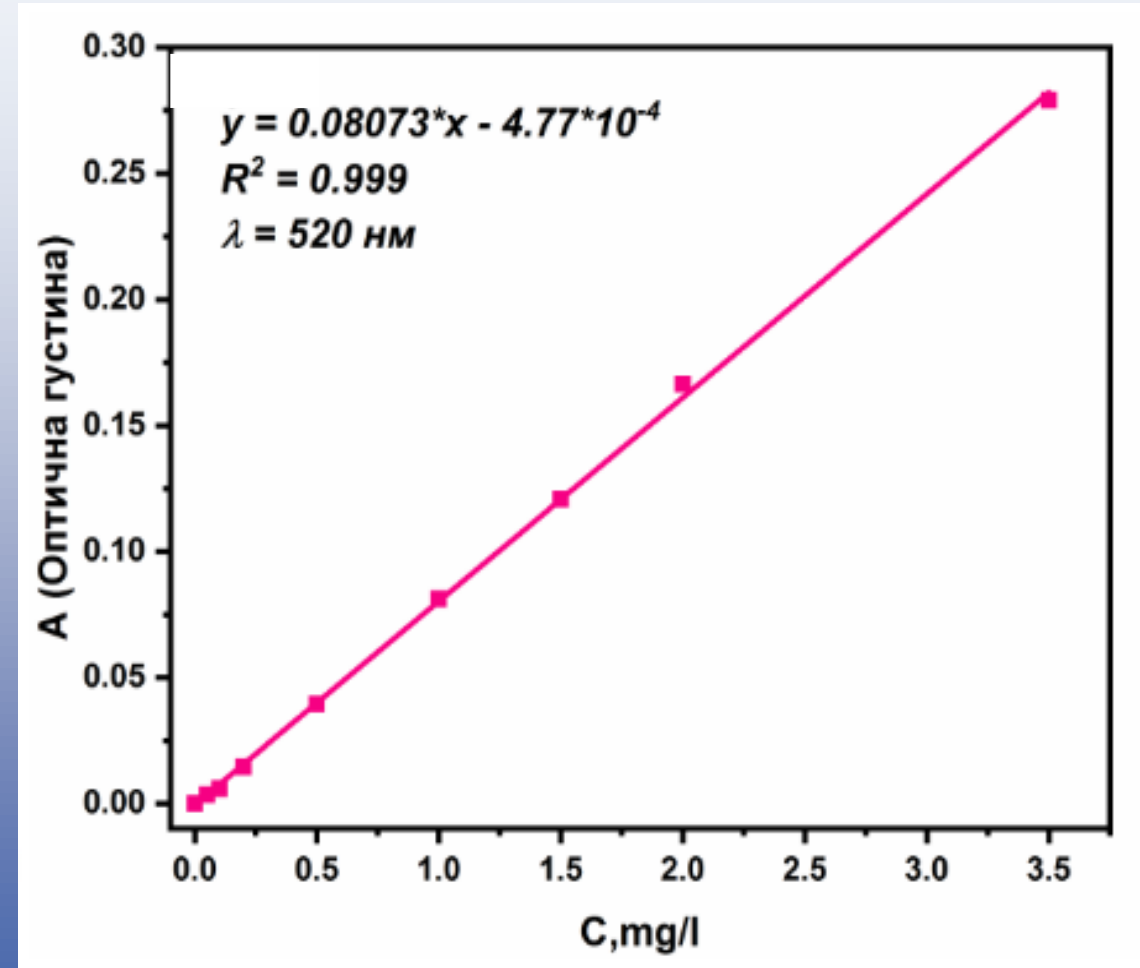
Калібрувальну лінію представляють як лінійну залежність в діапазоні концентрацій 0,0 – 3,5 Al<sup>3+</sup> мг/л у вигляді:

$$A = 0,08073 * c - 4,77 * 10^{-4} \quad (R^2 = 0.999)$$

де A – оптична густина, а c – концентрація Al<sup>3+</sup> в мг/л.

Для n мілілітрів, взятих для проведення аналізу, концентрацію Al<sup>3+</sup> можна обчислити за рівнянням:

$$c = \frac{50}{n} * \frac{A + 4,77 * 10^{-4}}{0.08073}$$



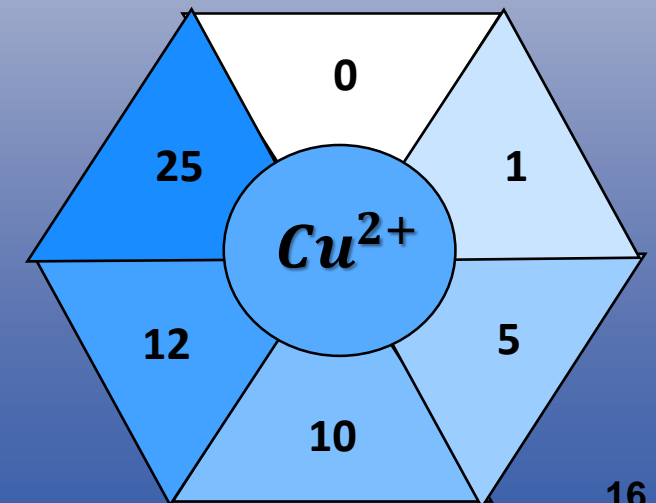


## Визначення концентрації іонів $\text{Cu}^{2+}$

Фотометричний метод визначення концентрації електроліту  $\text{CuSO}_4$  заснований на визначенні насиченості власного забарвлення, без додаткових реагентів. Оптичну густину електроліту вимірюють при  $\lambda = 810$  нм в кюветі з оптичним шляхом 10 мм.

### Приготування електроліту $\text{CuSO}_4$ :

- Купрум (II) сульфат ( $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ): 97,65 г;
- Концентрована сульфатна кислота ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ): 117  $\text{cm}^3$ ;
- Натрій хлорид (NaCl): 134 мг;
- Блискоутворювач (CU 400 A - Bungard): 4 мл;
- Дистильована вода 1  $\text{dm}^3$ .





 **EKTOS**

### Методика проведення аналізу:

1. Відбирають аликвоту проби так, щоб концентрація розчину знаходилася в діапазоні 0-12 г  $\text{Cu}^{2+}$ /л.
2. Доводять до мітки дистильованою водою.
3. Вимірюють оптичну густину одержаних розчинів на довжині хвилі 810 нм в кюветі із товщиною 10 мм, відносно дистильованої води.



2



ПРАКТИКУМ  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО  
АНАЛІЗУ



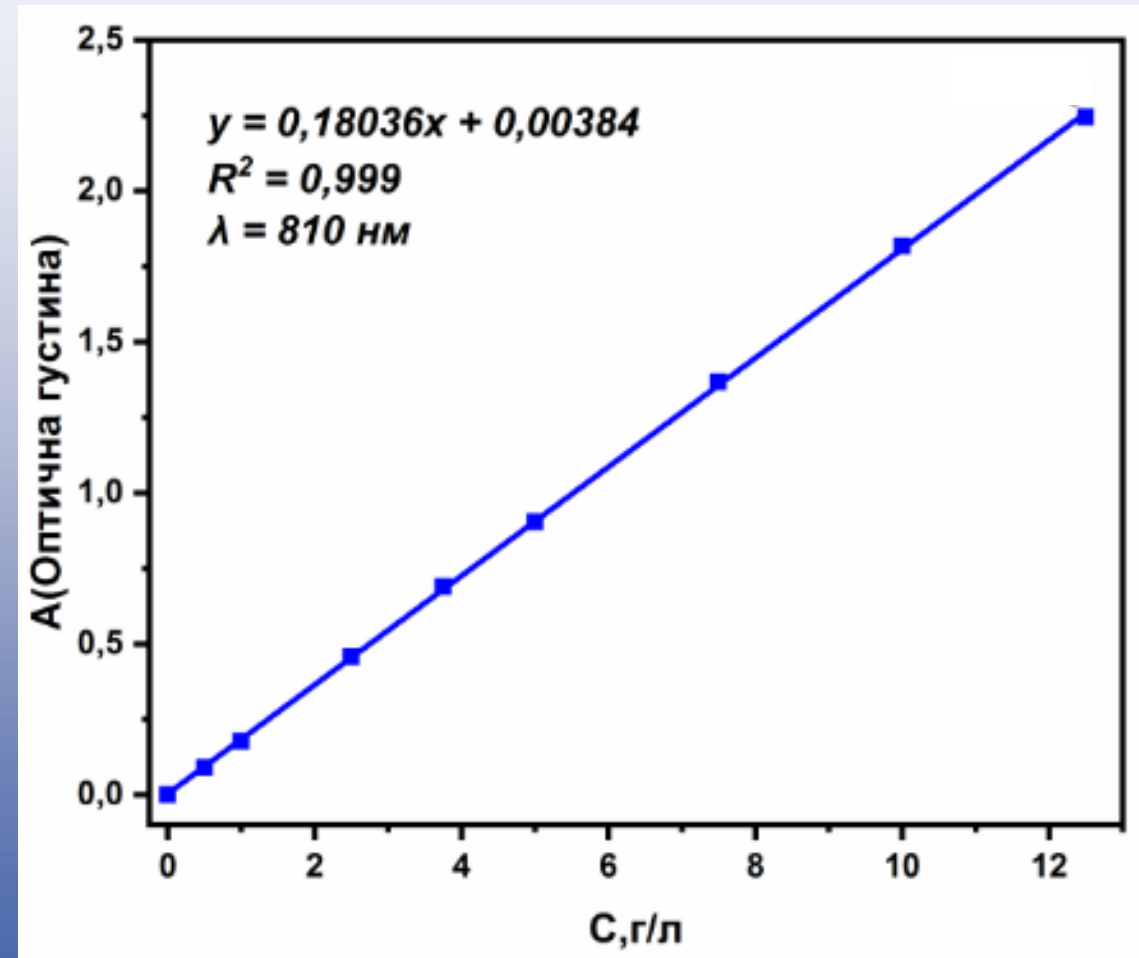
Калібрувальну лінію представляють як лінійну залежність в діапазоні концентрацій 0,0 – 12,0 г  $\text{Cu}^{2+}$ /л у вигляді:

$$A = 0,18036 * c + 0,00384 \quad (R^2 = 0.999)$$

де  $A$  – оптична густина, а  $c$  – концентрація  $\text{Cu}^{2+}$  в г/л.

Для  $n$  мілілітрів, взятих для проведення аналізу, концентрацію  $\text{Cu}^{2+}$  можна обчислити за рівнянням:

$$c = \frac{50}{n} * \frac{A - 0,00384}{0,18036}$$





## Список використаних джерел

- [1] A.F. João, A.L. Squissato, G.M. Fernandes, R.M. Cardoso, A.D. Batista, R.A.A. Muñoz, Iron (III) determination in bioethanol fuel using a smartphone-based device, *Microchem. J.* 146 (2019) 1134–1139. <https://doi.org/10.1016/J.MICROC.2019.02.053>.
- [2] N. Malcik, J.P. Ferrance, J.P. Landers, P. Caglar, The performance of a microchip-based fiber optic detection technique for the determination of  $\text{Ca}^{2+}$  ions in urine, *Sensors Actuators, B Chem.* 107 (2005) 24–31. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2004.09.049>.
- [3] B. Tinham, Waste water wars, *Plant Eng.* 52 (2008) 8–11.