

Колориметрія.

Колориметрія — фізико-хімічний метод кількісного визначення концентрації речовини в розчині, яка здатна поглинати світло або УФ промені за певної довжини хвилі, або здатна утворювати такі сполуки. Метод базується на вимірюванні оптичної густини розчинів за допомогою спеціальних приладів- електричних фотоколориметрів та спектрофотометрів, або на візуальному порівнянні інтенсивності забарвлення досліджуваного розчину з еталонними розчинами. В основі колориметрії лежить закон Бугера-Ламберта-Бера, згідно з яким інтенсивність забарвлення пропорційна концентрації забарвленої речовини в розчині і товщиною його шару.

Фотоколориметрія — це вимірювання поглинання видимої частини спектра забарвленими розчинами

Власне спектрофотометрія — це вимірювання поглинання (і пропускання) прозорих розчинів в УФ, видимій та ІЧ-ділянках спектра (220—1100 нм).

Прилади, принцип роботи яких ґрунтується на вимірюванні світлопоглинання речовин, називають **абсорбціометрами**. До них належать **фотоелектроколориметри (ФЕК)** і **спектрофотометри (СФ)**. **Фотоелектроколориметри** проводять вимірювання у видимій частині спектра, а **спектрофотометри (СФ)** -у широкому діапазоні хвиль, від УФ до ІЧ (210-1100 нм), і досліджувати забарвлені та безбарвні розчини у вузькій частині спектра, у зоні максимального поглинання монохроматичного потоку світла.

Розрізняють **суб'єктивні** (візуальні) і **об'єктивні** (фотоколориметричні) методи. У першому випадку оптичну густину визначають, порівнюючи забарвлення досліджуваного розчину із забарвленням серії стандартних (еталонних) розчинів, а також за допомогою візуальних колориметрів. У об'єктивних методах використовують фотоелектричні колориметри. Фізичний метод кількісного хімічного аналізу, що ґрунтується на залежності інтенсивності забарвлення розчину від концентрації розчиненої речовини.

Спосіб врівноваження. При використанні стандартних серій порівнюють інтенсивність забарвлення досліджуваного розчину із забарвленнями стандартних розчинів, відповідних різним відомим концентраціям досліджуваної речовини. У колориметрах, використовуваних при способі врівноваження, інтенсивність світла, що проходить через випробуваний і стандартний розчини, зрівнюється зміною товщини шару одного з розчинів. Принцип фотоелектричної колориметрії полягає в реєстрації фотоелементом інтенсивності монохроматичного світла (виділеного світлофільтром), що пройшов через забарвлений розчин. Різноманітні речовини, а також окремі їхні функціональні групи не однаково поглинають світлові хвилі різної довжини. Якщо побудувати графік залежності оптичної густини речовини D від довжини хвилі світла, що проходить крізь нього, то цей графік буде мати вигляд кривої із відповідними максимумами і мінімумами.

Якщо в кювету для порівняння помістити розчин, що містить усі компоненти в тих же концентраціях, що й у досліджуваному розчині, за винятком визначуваного компонента, то буде виміряна оптична густина цього компонента. Тому розчин, що поміщається в кювету для порівняння, називають нульовим. У випадку двокомпонентної системи нульовим розчином є розчинник наприклад вода.

Існує декілька прийомів **аналізу світлопоглинання**. Найбільш простим і зручним є метод градуювальної кривої. Сутність цього методу полягає в тому, спочатку вимірюють оптичну густину кількох (5-10) розчинів з відомою концентрацією. Потім будують градуювальний графік, відкладаючи по осі ординат оптичну густину, а по осі абсцис – концентрацію. Потім вимірюють оптичну густину досліджуваних розчинів і за

калібрувальним графіком знаходять їхні концентрації. Якщо ж у деякій області концентрації калібрувальний графік відхиляється від прямої, тобто спостерігається відхилення від закону Бугера-Ламберта-Бера, то виміри проводять при тих концентраціях, де цей закон виконується. Причини відхилення від закону Бугера - Ламберта - Бера можуть бути різними. У деяких випадках залежність $D(C)$ відхиляється від прямої при використанні немонохроматичного світла. Дисоціація, полімеризація забарвлених сполук, взаємодія їх із розчинником або іншими компонентами розчину також змінюють світлопоглинання. Часто колір розчину і його оптична густина залежать від рН-середовища. Зміна оптичної густини розчину може відбуватися внаслідок коагуляції, через руйнування компонентів під впливом світла. Тому використовують свіжо виготовлені розчини, або додають до них стабілізатори. Якщо визначенню заважають сторонні забарвлені речовини, то виміри проводять при тій довжині хвилі, при котрій ці речовини не поглинають світло, або маскують її.

Фотометричне визначення речовин(іонів) у розчинах складається з 2 етапів:

1. Проведення фотометричної реакції – переведення досліджуваного компоненту в забарвлену речовину, що поглинає електромагнітне випромінювання певної довжини хвилі. Для цього до розчину компоненту, який визначають, додають певний реагент, що утворює з компонентом забарвлену речовину (за хімічною природі, як правило, це або комплексна сполука, або продукт окислювально-відновної реакції).
2. Вимірювання інтенсивності поглинання електромагнітного випромінювання (світлопоглинання) забарвленим розчином.

Вимірювання світлопоглинання можна виконати різними методами:

- а) **колориметричний метод** базується на візуальному порівнянні кольору (інтенсивності забарвлення) розчину, що досліджують, з кольором (інтенсивністю забарвлення) серії стандартних розчинів з відомою концентрацією. При цьому забарвлений розчин поглинає суцільне випромінювання немонохроматичної видимої ділянки спектру;
- б) **спектрофотометричний метод** базується на вимірюванні інтенсивності монохроматичного світла в УФ-, видимому чи ІЧ- діапазонах спектру;
- в) **фотоелектроколориметричний метод** базується на вимірюванні інтенсивності світлопоглинання забарвленим розчином видимої частини спектру за допомогою приладів із спрощеним способом монохроматизації - фотоелектроколориметри (ФЕК, ЛМФ).

Способи визначення концентрації речовин

1. Метод градуювального (калібрувального) графіка: готують 4-6 стандартних (еталонних) розчинів з відомою концентрацією досліджуваної речовини C ;
2. При певних світлофільтрі й товщині кювети вимірюють оптичну густина кожного стандартного розчину відносно розчину порівняння, а також розчину, який досліджують (D_x);
- 3 Для стандартних розчинів будують градуювальний графік залежності оптичної густини від концентрації $D=f(C)$ і по D_x знаходять C_x .

Як розчин порівняння використовують: розчинник (дистильована вода); розчинник з реактивами, окрім компоненту, що визначають; досліджуваний розчин без реагентів. Інтервал концентрацій стандартних розчинів має бути таким, щоб концентрація розчину, який досліджують, знаходилася в його середині, а значення оптичної густини було в межах 0,1-1,0 (менше помилка, максимальне відтворення).

Принцип вибору світлофільтра

При вимірюванні світлопоглинання надзвичайно важливим є правильний вибір світлофільтра. Кожен світлофільтр має власну криву пропускання і характеризується двома сталими для кожного світлофільтра параметрами (вказуються в паспорті світлофільтра): а) $\lambda_{\text{адо}}$ – ефективна довжина хвилі, при якій пропускання максимальне; б) $(\lambda_1 - \lambda_2)$ – напівширина пропускання – це інтервал хвиль, при якому пропускання світла дорівнює 50%. Кожна речовина характеризується своїм спектром поглинання $D = f(\lambda)$. Положення максимуму спектру поглинання $\lambda_{\text{адо}}$, характер і вид спектру є важливими оптичними характеристиками речовини. У забарвлених речовин $\lambda_{\text{адо}}$ лежить у видимій частині спектру.

Принцип вибору світлофільтра:

світлофільтр для кожного розчину вибирають таким чином, щоб максимальне поглинання розчином речовини (D) співпадало з максимальним пропусканням (T) чи мінімальним поглинанням (D) світла цієї довжини хвилі світлофільтром

