Методы и приборы контроля окружающей среды

Лекция №10

Тема: **Аппаратура и техника фотометрических измерений.**

Калимолдина Л.М– к.т.н., сениор-лектор, кафедры ХХТиЭ,/ФПТ (29.04.2024г)

Концентрацию окрашенного соединения в растворе фотоколориметрическим методом определяют на основании измерения интенсивности света, прошедшего через раствор, с помощью фотоэлемента по гальванометру. Часть светового потока, проходя через раствор, поглощается; прошедшая через раствор часть света, попадая на фотоэлемент, вызывает в нем слабый электрический ток (фототок). Сила этого тока прямо пропорциональна интенсивности падающего на фотоэлемент света. Пользуясь предварительно построенной калибровочной кривой, определяют концентрацию окрашенного соединения.

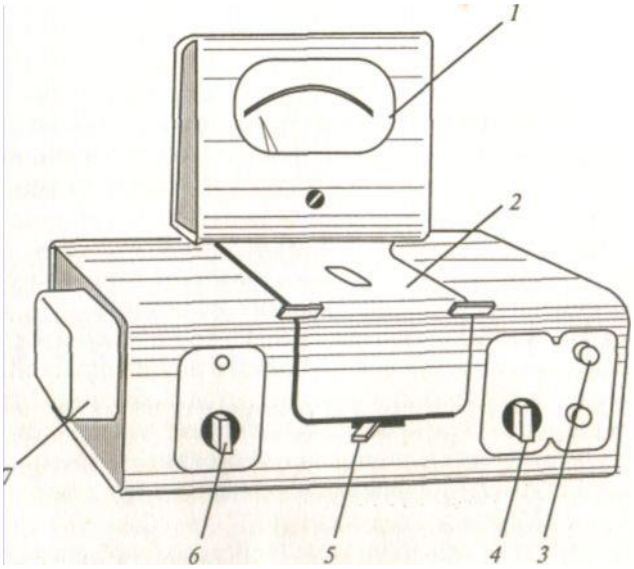
Фотоколориметрия увеличивает точность определений. Она устраняет субъективные ошибки, возникающие при визуальном сравнении интенсивностей окрасок (утомляемость зрения, неспособность различать оттенки цвета, влияние разной степени освещения).

Фотоколориметры по принципу действия бывают двух типов: 1) с одним фотоэлементом – прямого действия; 2) с двумя фотоэлементами – дифференциальные.

Фотоэлектроколориметры КФК – колориметры фотоэлектрические концентрационные – являются современными моделями отечественных фотометров. Особенностью последних моделей таких приборов – КФК-2МП и КФК-3 – является наличие микропроцессорной системы (МПС), предназначенной для

обработки аналоговой информации, поступающей от колориметров. Несомненным достоинством МПС является то, что она в качестве результата измерения выдает непосредственно концентрацию вещества. Колориметр КФК-3 снабжен, кроме того, термопечатающим устройством для вывода результатов измерения на бумажную ленту.

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 (рисунок 10.1)



1 – микроамперметр; 2 – крышка кюветного отделения; 3 – ручка «Установка.100 грубо»; 4 – ручка установки чувствительности прибора; 5 – ручка перестановки кювет; 6 – ручка установки светофильтра; 7 – источник света

Рисунок 10.1 – Внешний вид прибора КФК-2

КФК-2 является однолучевым прибором и предназначен для измерения коэффициентов пропускания и абсорбционности растворов и твердых тел в отдельных участках диапазона длин волн 315...980 нм, выделяемых светофильтра-ми, а также для определения концентрации веществ в растворах. Кроме того, колориметр позволяет измерять коэффициенты пропускания взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете.

КФК-2 применяют на предприятиях водоснабжения, в медицинской, химической, пищевой, металлургической промышленности и в сельском хозяйстве.

Технические характеристики прибора

Приемники излучения:

- фотоэлемент Ф-26 – для работы в диапазоне 315. ..590 нм
- фотодиод ФД-24К – для работы в диапазоне 590. ..980 нм

Устройство прибора

Колориметр состоит из блока питания и оптического блока. В оптический блок входят осветитель, оправа с оптикой, светофильтры, кюветное отделение с кюветодержателем, фотометрическое устройство с усилителем постоянного тока и элементами регулирования, регистрирующий прибор.

Осветитель представляет собой лампу типа КГМ. Конструкция осветителя обеспечивает перемещение лампы в трех взаимно перпендикулярных направлени-

ях для ее правильной установки. В оправу встроены конденсор, диафрагма и объектив.

Цветные светофильтры вмонтированы в диск. Светофильтр вводят в световой пучок с помощью ручки. Рабочее положение каждого светофильтра фиксируется.

Кюветодержатель расположен под крышкой в кюветном отделении. При работе в кюветном отделении одновременно находятся две кюветы – с растворителем (или нулевым раствором) и окрашенным раствором. Перестановку кювет в световом пучке осуществляют поворотом ручки до упора.

В фотометрическое устройство входят фотоэлемент ФЭУ-26, фотодиод ФД-24К, светоделительная пластинка и усилитель. Включение фотоприемников производится с помощью ручки.

В качестве регистрирующего прибора используется микроамперметр типа М907-10, шкала которого оцифрована для определения абсорбционности и коэффициентов пропускания.

Точность фотоколориметрических определений значительно повышается с применением светофильтров. Светофильтры представляют собой стеклянные пластинки, окрашенные в различные цвета. Они пропускают лучи только определенной области спектра. Светофильтр подбирают таким образом, чтобы он пропускал лучи, поглощаемые окрашенным раствором, и задерживал все остальные лучи спектра. При этом ориентируются на так называемые дополнительные цвета. Например, при колориметрировании желтых растворов применяют синие или фиолетовые светофильтры, при колориметрировании синих – желтые или красные.

Приблизительно можно подобрать светофильтр по следующей таблице:

Цвет раствора	*Цвет светофильтра*	*Цвет раствора*	*Цвет светофильтра*
Синий	Желтый	Желтый	Синий
Сине-зеленый	Оранжевый	Оранжевый	Сине-зеленый
Зеленый	Красный	Красный	Зеленый
Желто-зеленый	Фиолетовый	Фиолетовый	Желто-зеленый

Построение калибровочной кривой. При массовых определениях какого-либо элемента предварительно строят калибровочную кривую. Для этого готовят сначала стандартный раствор определяемого элемента строго определенной концентрации (например, 1; 0,1 или 0,01 мг/мл). От этого раствора отбирают микробюреткой в мерные колбы вместимостью 50 – 100 мл (или в стаканы) в соответствии с методикой анализа от 0,1 до 1,0 – 2,0 мл с интервалом в 0,2 или 0,4 мл, соответствующие содержанию от 0,01 до 0,2 мг (или от 0,1 до 1,0—2,0 мг) определяемого элемента. Добавляют реактивы, как при проведении анализа, и проводят все операции по методике. Затем доводят объем колбы водой до метки и хорошо перемешивают. Производят измерения экстинкции на фотоколориметре, сравнивая оптическую плотность окрашенных растворов с плотностью «холостой» пробы, в которой имеются все реактивы, но нет определяемого элемента.

По полученным с барабана отсчетам (экстинкциям) и соответствующим им концентрациям составляют таблицу: экстинкция – содержание элемента, мг. По таблице строят калибровочную кривую, откладывая на миллиметровой бумаге по

горизонтальной оси *концентрацию*, а по вертикальной оси – *экстинкцию*. Из точек, найденных на осях, восстанавливают перпендикуляры и точки их пересечений соединяют одной прямой линией (рисунок 10.2) .

При выполнении анализов по экстинкции по калибровочной кривой находят содержание элемента в растворе. Калибровочная кривая действительна только для тех условий и светофильтра, при которых она была построена.

После ремонта фотоколориметра, замены осветительной лампы или смены фотоэлементов калибровочную кривую строят заново. Калибровочную кривую время от времени следует проверять по стандартному образцу с известным содержанием определяемого элемента или по стандартному раствору

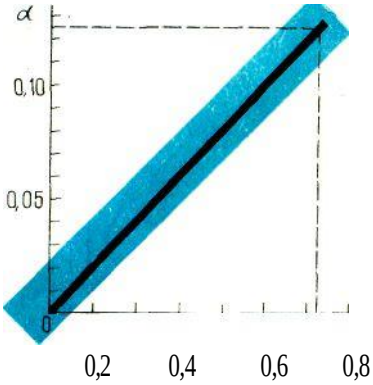


Рисунок 10.2 – Калибровочная кривая

Для одиночных определений используют метод сравнения. Пользуются стандартным образцом с соответствующим содержанием элемента. Навеску образца и навеску анализируемой пробы проводят через все стадии анализа и измеряют их экстинкции, пользуясь для сравнения холостой пробой. По полученным отсчетам вычисляют содержание определяемого элемента, % :

$$x = \frac{D_x G_{cm} A}{D_{cm} G_x},$$

где D_x – экстинкция раствора испытуемой пробы; $D_{с.т}$ – экстинкция раствора стандартного образца; $G_{ст}$ – навеска стандартного образца, г; А – содержание определяемого элемента в стандартном образце, % ; C_x – навеска испытуемого образца, г.

Если вместо стандартного образца пользуются стандартным раствором определяемого элемента, тогда вычисление ведут по формуле:

$$x = \frac{D_x C_{cm} 100}{D_{cm} \quad x},$$

где $C_{ст}$ – содержание определяемого элемента во взятом объеме стандартного раствора, г.

Спектрофотометр СФ-16. Область работы спектрофотометра (рис. 10.3) значительно шире, чем у фотоколориметра; спектрофотометр позволяет измерять оптическую плотность растворов не только в видимой части спектра (от 350 до

760 нм), но и в бесцветной для глаза ультрафиолетовой(УФ) (185—350 нм) и инфракрасной (ИК) (760—1100 нм) областях спектра.

Спектрофотометр состоит из четырех частей: в основном корпусе закреплен монохроматор с фотометрической частью, кюветное отделение, камера с детекторами и усилителем и осветитель с источниками освещения.

Спектрофотометр снабжен электронным стабилизатором для осуществления питания источников освещения и усилителя от электрической сети 220 В.

Источники излучения. Прибор имеет четыре лампы: дейтериевую (185—200 нм), водородную (200—350 нм), вольфрамовую (320—1100нм) и ртутную для проверки градуировки шкалы длин волн.

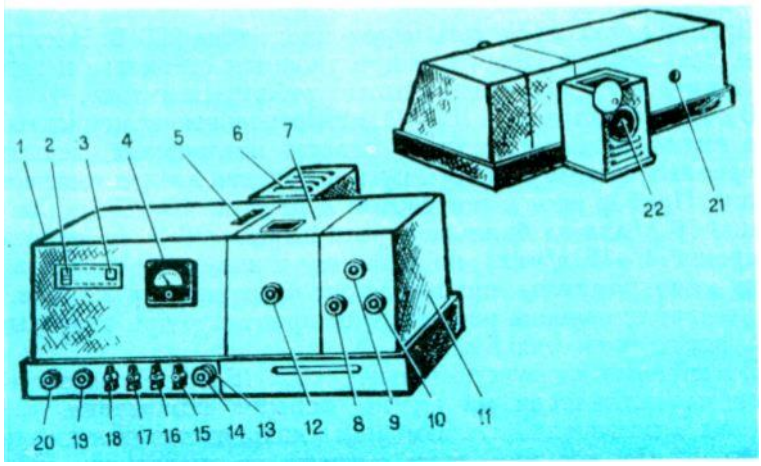


Рисунок 10.3 – Спектрофотометр СФ-16

В качестве детекторов для измерений в широком спектральном интервале используют два фотоэлемента: сурьмяно-цезиевый для области 186 – 650 нм и кислородно-цезиевый для области 600 – 1100 нм.

Прибор включают в сеть переменного тока 220 В. Электропитание всех ламп и усилителя производится от одного и того же блока питания, в нем происходит и стабилизация тока.

В области излучения 185 – 200 нм отдельные компоненты воздуха имеют свои характерные полосы поглощения, мешающие измерениям, поэтому на всем пути излучения воздух вытесняется азотом.

Кроме спектрофотометра СФ-16, в лабораториях используются спектрофотометры СФ-4, СФ-4А, СФ-5 и СФ-26. Применяются регистрирующие спектрофотометры СФ-10 и СФ-14, а также японский спектрофотометр фирмы «Хитачи», модель 124.

Основная литература: 5 [72 – 73]

Дополнительная литература: 8 [207 – 213], 9 [115 - 129]

Контрольные вопросы:

1) Какими приборами измеряют оптическую плотность растворов?
2) Для чего строят калибровочную кривую?
3) Как по калибровочной кривой определить концентрацию раствора?
4) Что такое кювета?
5) Для чего она нужна?