

«ВІЗУАЛЬНО-ТЕСТОВЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЙОДИДІВ ТА БРОМІДІВ У ВИСОКОМІНЕРАЛІЗОВАНИХ ПРИРОДНИХ ВОДАХ»

До складу високомінералізованих природних вод можна віднести води підземні супутньо-пластові та морські. Особливостями складу таких вод є достатньо високий вміст йодидів та бромідів при їхній сумісній присутності. У підземних водах йодиди та броміди мають високу рухливість та утворюють великі ореоли розсіяння, їх відносять до гідрогеохімічних індикаторів накопичення вуглеводнів. Супутньо-пластові води є супутніми водами при видобуванні нафти та газу, так як вони високомінералізовані, то постає питання їх отримання для промисловості з метою видобутку з них цінних компонентів. На глибині залягання понад 4 км масова концентрація йодидів у супутньо-пластовій воді може сягати 30 мг/л, бромідів – 300 мг/л, при цьому вміст бромиду завжди значно перевищує вміст йоду.

Завдання ЛР:

- вибрати тест-реакцію для експрес визначення йодидів та бромідів (носій для тест-визначення – таблетки ППУ);
- підібрати оптимальні умови іммобілізації реагентів на ППУ і проведення реакцій;
- оцінити метрологічні характеристики способу визначення: межу визначення, селективність, правильність.

Реактиви та обладнання

- калій бромід, х.ч.;
- калій бромат, ч.д.а.;
- калій йодид, х.ч.;
- натрій нітрит, х.ч.;
- калій йодат, ч.д.а.;
- флуоресцеїн, ч.д.а.;
- ацетон;
- етиловий спирт з об'ємною часткою 96%;
- сірчана кислота, 2 моль/л;
- сірчана кислота з масовою часткою 25%, х.ч.;
- розчин натрій тіосульфат, $c_0 = 0,0871$ моль/л;
- калій гіпохлорит, насичений розчин;
- розчин натрій форміат з масовою часткою 20%;

- розчин калій йодид з масовою часткою 20%;
- розчин амоній молібдат з масовою часткою 1%;
- розчин метилового оранжевого з масовою часткою 1%;
- борна кислота, насичений розчин;
- розчин крохмалю з масовою часткою 5%;
- стандартні буферні розчини (рН 1,68; 3,56; 4,01; 6,86);
- дистильована вода;
- фільтрувальний папір;
- пінополіуретан на основі змішаних етерів (листовий, білого кольору, товщиною 1см);
- аналітичні терези ВЛР-200;
- механічний вібростмесітель;
- водяна баня;
- набір ареометрів;
- фотоколориметр КФК-3;
- спектрофотометр СФ-2000 з приставкою для дифузного відбиття;
- бюретка;
- конусні колби.
- мірні колби на 25; 100; 200; 250 мл;
- піпетки на 1,00; 5,00; 10,0; 25,0 мл;

Методика вимірювання дифузного відбиття ППУ

Вимірювання проводять на спектрофотометрі СФ-2000 - з приставкою для вимірювання дифузного відображення. Таблетки ППУ закріплюють на приставці та вимірюють відображення відносно холостого зразка в інтервалі довжин хвиль від 400 до 700 нм.

За формулою 1 коефіцієнти дифузного відбиття проби перераховують у функцію Гуревича-Кубелкі-Мунка:

$$F = \frac{(1-R)^2}{2R}, \quad (1)$$

де R – дифузне відбиття;

F – функція Гуревича-Кубелкі-Мунка.

Методика оцінки межі визначення (c_{lim})

Оцінку межі визначення проводять згідно наступного алгоритму:

- за орієнтовне значення c_{lim} приймають концентрацію, яка обмежує "зверху" інтервал ненадійності, тобто концентрацію для якої $P(c) = 1$;
- поблизу орієнтовного значення c_{lim} готують колірну шкалу порівняння, на якій кожна наступна концентрація аналіту відрізняється вдвічі від попередньої;
- готують модельний розчин з концентрацією, яка не збігається з точками колірної шкали, це буде задана концентрація аналіту ($c_{зад}$), і пропонують спостерігачам оцінити концентрацію аналіту (c_i) в модельному розчині за допомогою цієї шкали;
- експеримент повторюють тричі, з $N \sim 50$ результатів спостережень розраховують стандартне відхилення концентрації за формулою 2:

$$s_c = \sqrt{S_c^2} = \sqrt{\frac{\sum (c_{зад} - c_i)^2}{N-1}}, \quad (2)$$

де

S_c – стандартне відхилення;

$c_{зад}$ – задана концентрація, мг/л;

c_i – концентрація аналіту в модельному розчині, оцінена за допомогою колірної шкали;

N – кількість результатів.

За формулою 3 визначають межу кількісного визначення:

$$c_{lim} = 3 \cdot S_c, \quad (3)$$

де

c_{lim} – межа кількісного визначення;

S_c – стандартне відхилення.

Методика підготовки проби води для визначення йодиду і броміду

Для аналізу відбирають 50 мл відфільтрованої проби води, додають 10 мл гідроксиду натрію з молярною концентрацією 1 моль/л і перемішують. Білий осад гідроксидів кальцію і магнію відфільтровують, фільтрат збирають у мірну колбу

місткістю 100 мл, підкисляють сірчаною кислотою (0,1 моль/л) до рН 2, доводять об'єм дистильованою водою до мітки і перемішують.

Методика представлення результатів тестування

Припустимо, що для візуального тестування була приготовлена шкала (7.4), тоді за результатами аналізу можливі такі варіанти представлення середнього результату та діапазону розкиду результатів визначення (табл.):

1) якщо N результатів визначення попали в інтервал шкали c_1-c_2 , тоді середній результат розраховують як $\Sigma c_i / N$, а діапазон розкиду результатів визначення для середнього вказують від c_1 до c_2 ;

2) якщо усі результати визначення i , відповідно, середній результат співпали зі значенням концентрації на шкалі, наприклад з c_2 , тоді межі діапазону розкиду результатів визначення вказують від середини інтервалу, що знаходиться ліворуч від c_2 , до середини інтервалу, що знаходиться праворуч від c_2 , тобто від $(c_1+c_2)/2$ до $(c_2+c_3)/2$;

3) якщо частина результатів визначення (n_1) відповідає інтервалу c_1-c_2 , а частина результатів (n_2) — сусідньому інтервалу c_2-c_3 , то середній результат розраховують як $\Sigma c_i / (n_1+n_2)$, а діапазон розкиду результатів визначення для середнього вказують від c_1 до c_3 , тобто діапазон розкиду результатів визначення включає два сусідніх інтервали на шкалі.

Таблиця. Приклади представлення результатів візуального тест-визначення з використанням колірної шкали порівняння

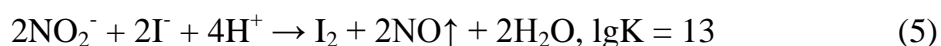
Результати визначення	Число визначень	Середній результат	Діапазон розкиду результатів визначення
Всередині інтервалу $c_1 - c_2$	N	$\Sigma c_i / N$	Від c_1 до c_2
Усі $c_i = c_2$	N	c_2	Від $(c_1+c_2)/2$ до $(c_2+c_3)/2$
Всередині інтервалів $c_1 - c_2$ та $c_2 - c_3$	$N=n_1+n_2$	$\Sigma c_i / (n_1+n_2)$	Від c_1 до c_3

Використовуючи результати експерименту спробуйте сформулювати методику напівкількісного визначення йодид та бромід іонів, де це необхідно, побудуйте графічні залежності.

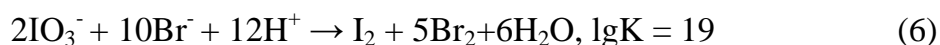
I

Вибір тест-реакції для визначення йодид-іонів

У якості тест-реакції при визначенні йодид-іонів розглядали реакції (4) та (5), що протікають з утворенням молекулярного йоду, який сорбується на ППУ.



При використанні нітриту таблетки ППУ забарвлювалися в жовтий колір у відсутності йоду в розчині, хоча при його використанні вплив бромід-іонів менш би позначався на аналітичному ефекті (поясніть).



При використанні в якості окислювача калій йодату, було показано, що вплив бромідів стає помітним при великих концентраціях Br⁻ (окислюється йодатом). Нами було показано, що 100-кратний надлишок бромід-іонів не заважає визначенню йодидів.

Висновок 1: Реагент-окисник _____

Вибір оптимальної концентрації калій йодату

Для вибору оптимальної концентрації калій йодату, для сорбції йоду на ППУ, готували розчини об'ємом 25 мл з молярною концентрацією калій йодиду $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л ($1 \cdot 10^{-4}$ моль/л \times 127 г/моль = 0,0127 г/л = 12,7 мг/л), з концентраціями калій йодату 0,1; 0,05; 0,01; $5 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л відповідно, для створення рН 2 додавали 0,1 М сірчану кислоту. Таблетки ППУ занурювали в розчин і ставили на механічний вібростмеситель на 20 хв. Після чого таблетки ППУ витягували з розчинів і сушили. Далі проводили вимірювання спектрів дифузного відбиття сорбентів. Результати вимірювань дифузного відбиття (R) представлені в табл. 1.

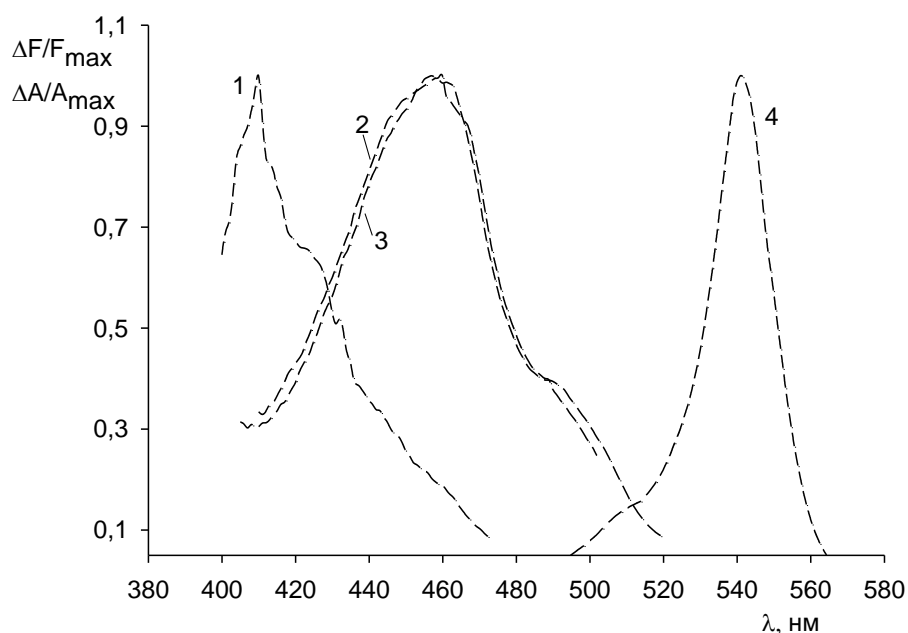


Рисунок 1: спектр поглинання молекулярного йоду на ППУ, $\lambda_{\text{max}} = 410 \text{ nm}$

Рисунок 4: спектр еозина на ППУ, $\lambda_{\text{max}} = 550 \text{ nm}$

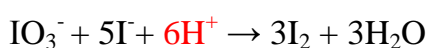
Таблиця 1 Вибір оптимальної концентрації калій йодату ($n=3$)

№ з/п	ΔR	ΔF	$c(\text{IO}_3^-)$, моль/л
1	0,728		$5 \cdot 10^{-4}$
2	0,534		$1 \cdot 10^{-3}$
3	0,293		$5 \cdot 10^{-3}$
4	0,232		0,01
5	0,229		0,05
6	0,228		0,1

Побудуйте залежність $\Delta F - c(\text{IO}_3^-)$ та встановіть концентрацію розчину калій йодату необхідну та достатню для проведення тест-реакції.

Рисунок 1. Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від концентрації йодат-іонів

Висновок 2: Концентрація реагента-окисника _____



Вибір оптимальної кислотності середовища тест-реакції

По 1 очищеній таблетці ППУ занурюють в розчини об'ємом 25 мл з молярною концентрацією калій йодиду $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, калій йодату – 0,01 моль/л. У розчинах створювали рН 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 та 3,5 відповідно. Розчини разом з сорбентами

ставили на механічний вібростмеситель на 20 хв. Після чого таблетки ППУ витягували з розчинів і сушили.

Потім проводили вимірювання спектрів дифузного відбиття, результати вимірювань дифузного відбиття (R) представлені в табл. 2.

Таблиця 2. Вибір оптимального рН тест-реакції (n=3)

№ п/п	ΔR	ΔF	pH
1	0,243		0,5
2	0,242		1
3	0,243		1,5
4	0,243		2
5	0,265		2,5
6	0,390		3
7	0,511		3,5

В результаті була отримана серія сорбентів з різним забарвленням.

Дані о спектрах дифузного відбиття таблеток ППУ дозволили встановити залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від рН середовища тест-реакції (рис. 2).

Рисунок 2. Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від рН середовища тест-реакції

Висновок 3: Оптимальним є рН в діапазоні від_____.

Вибір оптимального часу тест-реакції

По 1 очищеній таблетці ППУ занурюють в розчини об'ємом 25 мл з молярною концентрацією калій йодиду $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, калій йодату – 0,01 моль/л, для створення рН 2 додавали 0,1 М сірчану кислоту. Розчини разом з сорбентами ставили на механічний вібростмеситель, а потім по одному доставали через 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 хв. відповідно.

Після цього проводили вимірювання спектрів дифузного відбиття сорбентів, результати вимірювань відбиття (R) представлені в табл. 3.

Таблиця 3 Вибір оптимального часу тест-реакції (n=3)

№ п/п	ΔR	ΔF	τ , мин
1	0,369		5
2	0,316		10
3	0,246		15
4	0,226		20
5	0,226		25
6	0,228		30
7	0,228		35

Рисунок 3 Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу тест-реакції

Висновок 4: Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу тест-реакції (рис. 3), побудована за даними спектрів дифузного відбиття сорбентів, дозволила зробити висновок, що оптимальним часом тест-реакції є _____ хвилин.

Вивчення залежності інтенсивності забарвлення сорбенту від концентрації йодид-іонів у розчині

Була приготовлена колірна шкала для визначення йодид-іонів за допомогою очищеного ППУ. Потім були виміряні дифузні відображення отриманих сорбентів. Результати вимірювань дифузного відбиття (R) представлені в табл. 4.

Таблиця 4 Результати вивчення залежності функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від концентрації йодид-іонів в розчині (n=3)

№ п/п	ΔR	ΔF	$c(I^-)$, мг/л
1	0,745		0,5
2	0,645		1
3	0,537		2
4	0,331		4
5	0,245		8
6	0,139		16

Рисунок 4 Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від концентрації йодид-іонів в розчині, $\lambda_{\max} = 410$ нм

Висновок 5: Отримані дані дозволили визначити характер залежності інтенсивності забарвлення ППУ з іммобілізованим молекулярним йодом від концентрації йодиду у вихідному розчині. Було з'ясовано, що змінення функції Гуревича-Кубелкі-Мунка лінійно пов'язана з концентрацією йодид-іонів в діапазоні від _____.

Також було встановлено, що протягом першої доби відбувається зменшення інтенсивності забарвлення таблеток з сорбованим йодом, так як йод випаровується.

Оцінка межі визначення йодид-іонів на ППУ

При оцінці межі визначення йодид-іонів за орієнтовне значення c_{lim} прийняли концентрацію 0,9 мг/л. Приготували колірну шкалу: 0; 0,6; 1,2 мг/л йодиду за методикою 2.2.9 та контрольний зразок, який відповідав концентрації $c_{зад} = 1,0$ мг/л. За допомогою колірної шкали спостерігачі оцінили вміст йодиду на таблетках. З 45 результатів розрахували стандартне відхилення та межу визначення.

Таблиця 5 Результати експериментальної оцінки межі визначення I

Колірна шкала: 0; 0,6; 1,2 мг/л, N =45

Введено йодиду, мг/л 1,0	Знайдено йодиду з використанням колірної шкали, мг/л		
Варіанти визначень $c(I)$, мг/л	0,6	0,9	1,2
Число визначень	2	28	15
$s_c =$ мг/л;	$c_{lim} = 3s_c =$ мг/л		

$$s_c = \sqrt{s_c^2} = \sqrt{\frac{\sum (c_{зад} - c_i)^2}{N-1}},$$

де

s_c – стандартне відхилення; $c_{зад}$ – задана концентрація, мг/л; c_i – концентрація аналіту в модельному розчині, оцінена за допомогою колірної шкали; N – кількість результатів.

$s_c =$

За формулою 3 визначають межу кількісного визначення:

$$c_{lim} = 3 \cdot s_c = 3 \cdot$$

Висновок 6: Межа візуального визначення йодиду склала 0,48 мг/л.

Будувати колірну шкалу можна в діапазоні 0,5 – 16 мг/л.

МЕТОДИКА ВІЗУАЛЬНО-ТЕСТОВОГО ВИЗНАЧЕННЯ ЙОДИД ІОНІВ

На основі даних, що отримано вище, сформулювати текст-методики визначення йодид-іонів.

Для тестового визначення **йодид-іонів** готують колірну шкалу в інтервалі концентрацій йодиду – 0,5-16 мг/л так, щоб наступна концентрація на шкалі була в два рази більше попередньої (табл. 1). У мірні колби на 25 мл вносять необхідні аліквоти

калій йодиду, сірчану кислоту для створення рН 2 та калій йодат для створення концентрації 0,02 моль/л. Вміст колби доводять до мітки водою.

Таблиця 1 Схема приготування градувальних розчинів для колірної шкали тестового визначення йодид-іонів ($n=3$, $V_p = 25\text{мл}$, $V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5\text{мл}$)

№ п/п	$c(\text{I}^-)$, мг/л	$V_0(\text{KI})$, мл	$c_0(\text{I}^-)$, мг/л
1	0		-
2	0,5		6,35
3	1		6,35
4	2		6,35
5	4		63,5
6	8		63,5
7	16		63,5

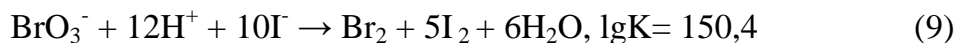
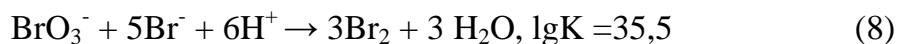
Приготовані розчини з мірних колб виливають у бюкси, занурюють по таблетці очищеного ППУ, скляною паличкою видаляють з них бульбашки повітря та перемішують на механічному вібросмесителі 20 хв. Після сорбції таблетки виймають з розчинів, промокають між листами фільтрувального паперу та сушать при кімнатній температурі.

Проби води підготовлюють за методикою: відбирають 50 мл відфільтрованої проби води, додають 10 мл гідроксиду натрію з молярною концентрацією 1 моль/л і перемішують. Білий осад гідроксидів кальцію і магнію відфільтровують, фільтрат збирають у мірну колбу місткістю 100 мл, підкисляють сірчаною кислотою (0,1 моль/л) до рН 2, доводять об'єм дистильованою водою до мітки і перемішують.

Аліквоту підготованої води об'ємом 15 мл вносять в мірну колбу місткістю 25 мл, вносять 2,5 мл 0,1 М H_2SO_4 , 5 мл 0,1 М KIO_3 та доводять до мітки дистильованою водою. Проводять аналогічні дії, як і у випадку приготування колірної шкали. Визначають концентрацію йодид-іонів з використанням колірної шкали. В розчин, що залишився після визначення йодидів, для видалення йоду вносять 2 таблетки очищеного ППУ та струшують 20 хв. Після вилучення таблеток ППУ переходять до визначення бромід іонів.

II

У якості тест-реакції для визначення бромід-іонів обрали реакцію бромовання флуоресцеїну, іммобілізованого на ППУ. У ролі окислювача бромід-іонів був обраний калій бромат.



Але, як видно з розрахованих значень логарифмів констант реакцій бромід і йодид-іонів з броматом в кислому середовищі (8) та (9), реакція утворення молекулярного йоду, в 4 рази швидше, ніж молекулярного бромиду.

Було досліджено вплив йодид-іонів у модельних розчинах при їх мінімально та максимально можливій концентрації у водах. Вже при концентрації йодидів 5 мг/л помітно заважаючий вплив йодидів на броміди (таблетки ППУ вийшли усі жовті). Тому після визначення йодид-іонів необхідно повністю видаляти молекулярний йод з розчину. Для повного видалення залишку I_2 в розчині, досить двох таблеток ППУ масою 0.03 г, час сорбції - 20 хв.

Вибір оптимальної концентрації флуоресцеїну

Для кожної таблетки ППУ готують 25 мл розчину флуоресцеїну з молярною концентрацією флуоресцеїну $5 \cdot 10^{-5}$, $1 \cdot 10^{-4}$, $5 \cdot 10^{-4}$, $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л. Для створення рН 2 використовують 0,1 М H_2SO_4 , та дистильованою водою доводять до мітки. Приготовані розчини переливають у бюкси з шліфованими кришками, занурюють по таблетці ППУ, скляною паличкою видаляють з них повітря та перемішують на механічному вібросмесителі 20 хв. Після сорбції таблетки виймають з розчинів, віджимають між листами фільтрувального паперу та сушать при кімнатній температурі.

Висновок: Оптимальна концентрація флуоресцеїну була обрана, виходячи із візуального сприйняття, це $c(\text{фл.}) = 5 \cdot 10^{-5}$ моль/л, тому що при збільшенні, концентрації, сорбенти набували більш інтенсивнішого помаранчевого забарвлення, що не дозволяє використовувати їх для подальшого тестування.

Вибір оптимального часу модифікування ППУ у розчині флуоресцеїну

Для кожної таблетки ППУ готують 25 мл розчину флуоресцеїну з молярною концентрацією флуоресцеїну $5 \cdot 10^{-5}$ моль/л. Для створення рН 2 використовують 0,1 М H_2SO_4 , та дистильованою водою доводять до мітки. Час модифікування для кожної з таблеток відповідно 1, 3, 5, 7, 10, 12, 15, 17, 20, 25, 30, 35, 40 хв.

Вивчити характер залежності інтенсивності забарвлення сорбентів від часу модифікування дозволили дані про спектри дифузного відображення, результати вимірювань відображення (R) представлені в табл. 6.

Таблиця 6 Вибір оптимального часу модифікування флуоресцеїну (n=3)

№ з/п	ΔR	ΔF	t, min	№ з/п	ΔR	ΔF	t, min
1	0,555		1	7	0,408		15
2	0,494		3	8	0,403		17
3	0,473		5	9	0,396		20
4	0,466		7	10	0,385		25
5	0,433		10	11	0,380		30
6	0,414		12	12	0,375		40

Рисунок 5 Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу модифікування сорбенту розчином флуоресцеїну $5 \cdot 10^{-5}$ моль/л, $\lambda_{\max} = 457$ нм

На підставі залежності функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу витримування сорбентів в розчині флуоресцеїну (рис.5) зробити висновок, що оптимальний час модифікування.

Висновок: час модифікування таблеток ППУ розчином флуоресцеїну _____.

Визначення оптимального рН середовища для іммобілізації флуоресцеїну на таблетках ППУ

У мірні колби на 25 мл додають розчин флуоресцеїну (0,25 мл) з концентрацією $5 \cdot 10^{-3}$ моль/л та буферні розчини для створення рН відповідно 1,68; 3,56; 4,01 та 6,86, водою доводять до мітки. Приготовані розчини переливають у бюкси з шліфованими кришками, додають очищені таблетки ППУ, скляною паличкою видаляють з них повітря та перемішують на механічному вібростмесителі 20 хв. Після сорбції таблетки виймають з розчинів, віджимають між листами фільтрувального паперу та сушать при кімнатній температурі.

Результати вимірювань дифузного відбиття (R) представлені в табл. 7.

Таблиця 7 Вибір оптимального рН середовища для іммобілізації флуоресцеїну на ППУ (n=3)

№ п/п	ΔR	ΔF	pH
1	0,384		1,68
2	0,403		3,56
3	0,426		4,01
4	0,665		6,86

Дані про спектри дифузного відбиття таблеток ППУ дозволили встановити залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від рН середовища (рис. 6). На підставі залежності зробити висновок про оптимальне значення рН.

Рисунок 6 Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від рН середовища для модифікування сорбенту

Висновок: Оптимальне значення рН = _____

Вибір оптимальної концентрації калій бромату

Концентрація калій бромату була обрана на основі ряду експериментів з додаванням різної кількості бромату, для проведення окисно-відновної реакції з бромідом у кислому середовищі та осадженням бромиду на сорбенті. Виходячи із візуального сприйняття, була обрана концентрація _____, менше цієї концентрації на модифікованому флуоресцеїном ППУ бром не осаджувався.

Вивчення залежності інтенсивності забарвлення сорбенту від концентрації бромід-іонів у розчині

Типовий спектр залежності функції Гуревича-Кубелкі-Мунка тетрабромфлуоресцеїна, іммобілізованого на ППУ, представлений на рис. Максимум поглинання відповідає $\lambda_{\max} = 541 \text{ nm}$, цю довжину хвилі і обрали для подальших розрахунків.

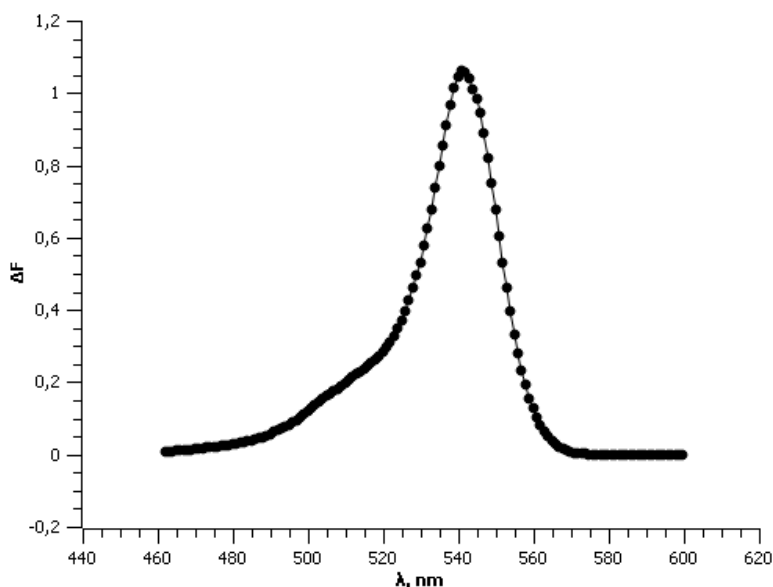


Рисунок Спектр функції Гуревича-Кубелкі-Мунка тетрабромфлуоресцеїна, іммобілізованого на ППУ

Діапазон лінійності градуовальної залежності знаходиться і інтервалі концентрації бромід-іонів від 10 до 80 мг/л.

Вибір оптимального часу проведення тест-реакції

Занурювали по таблетці ППУ, модифікованих флуоресцеїном, у розчини з концентраціями калій броміду 10 та 80 мг/л, калій бромату $5 \cdot 10^{-3}$ моль/л та рН 2, ставили на механічний вібростмеситель, а потім витягували кожен сорбент в зазначений час 1, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 хв. відповідно. Після цього проводили вимірювання спектрів дифузного відображення сорбентів, результати вимірювань відображення (ΔR) представлені в табл.

Таблиця Вибір оптимального часу тест-реакції (n=3)

№ п/п	c(Br ⁻)= 10 мг/л			c(Br ⁻)=80 мг/л		
	ΔR	ΔF	t, min	ΔR	ΔF	t, min
1	0,995		1	0,508		1
2	0,889		3	0,427		3
3	0,789		5	0,322		5
4	0,720		10	0,174		10
5	0,648		15	0,124		15
6	0,605		20	0,106		20
7	0,604		25	0,103		25
8	0,604		30	0,101		30
9	0,605		40	0,101		40

Рисунок Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу модифікування сорбенту при концентрації бромід-іонів 10 мг/л

Рисунок Залежність функції Гуревича-Кубелкі-Мунка від часу модифікування сорбенту при концентрації бромід-іонів 80 мг/л

Висновок: Оптимальний час проведення тест-реакції скл _____ 20 хв

Оцінка межі визначення бромід-іонів на ППУ

У випадку бромід-іонів за орієнтовне значення c_{lim} була прийнята концентрація бромід-іонів 7,5 мг/л. Приготували колірну шкалу: 0; 5; 10 мг/л броміду та контрольний зразок, який відповідав концентрації $c_{зад} = 9$ мг/л. З використанням колірної шкали спостерігачі оцінили вміст броміду у розчині. З 20 результатів було розраховане стандартне відхилення та межу визначення. Межа візуального визначення броміду склала 3,2 мг/л. Усі дані представлені у табл.

Таблиця Результати експериментальної оцінки межі визначення Br^-

Колірна шкала: 0; 5; 10 мг/л, N =20

Введено броміду, мг/л 9,0	Знайдено броміду з використанням колірної шкали, мг/л		
Варіанти визначень $c(Br^-)$, мг/л	5	7,5	10
Число визначень	0	1	19
$s_c =$ мг/л;	$c_{lim} = 3s_c =$ мг/л		

$s_c =$

За формулою 3 визначають межу кількісного визначення:

$$c_{lim} = 3 \cdot S_c$$

Для тестового визначення **бромід-іонів** готують колірну шкалу в інтервалі концентрацій броміду – 5-80 мг/л так, щоб наступна концентрація на шкалі була в два рази більше попередньої (табл. 2). У мірні колби на 25 мл вносять необхідні аліквоти калій броміду, калій бромату з концентрацією 0,1 моль/л (1,25 мл) та сірчану кислоту для створення рН 2. Вміст колби доводять до мітки водою.

Таблиця 2 Схема приготування градувальних розчинів для колірної шкали тестового визначення бромід-іонів ($n=3, V_p = 25\text{мл}, V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5\text{мл}$)

№ п/п	$c(\text{Br}^-)$, мг/л	$V_0(\text{KBr})$, мл	$c_0(\text{Br}^-)$, мг/л
1	0	0	-
2	5	1,5	83
3	10	3,0	83
4	20	6,1	83
5	40	1,21	830
6	80	2,42	830

Приготовані розчини для визначення бромід-іонів виливають у бюкси, у які занурюють по таблетці ППУ, **модифікованих у флуоресцеїні за методикою**: для кожної таблетки ППУ готують 25 мл розчину флуоресцеїну з молярною концентрацією $5 \cdot 10^{-5}$ моль/л, для створення рН 2 використовують 0,1 М H_2SO_4 , та дистильованою водою доводять до мітки. Приготовані розчини переливають у бюкси з шліфованими кришками, занурюють по таблетці ППУ, скляною паличкою видаляють з них повітря та перемішують на механічному вібростмесителі 20 хв. Після сорбції таблетки виймають з розчинів, віджимають між листами фільтрувального паперу та сушать при кімнатній температурі.

Аліквоту розчину після визначення йоду поміщують в мірну колбу місткістю 25 мл, додають 2,5 мл 0,1 М H_2SO_4 , 1,25 мл 0,1 М KBrO_3 та доводять до мітки дистильованою водою. Розчин переливають в бюкс, вносять 1 таблетку ППУ модифікованого флуоресцеїном та струшують 20 хв. Визначають концентрацію бромід-іонів з використанням колірної шкали.

Визначення вмісту йодидів і бромідів у водах візуально-тестовим методом і методом окисно-відновного титрування

Проведено аналіз морської та пластової вод, на бромід - та йодид-іони. Отримані результати були співставленні з даними окисно-відновного титрування.

Результати визначення йодид- і бромід-іонів в пробах вод наведені в табл.

Таблиця 2.17 Результати визначення вмісту йодидів і бромідів у високомінералізованих природних водах ($n=2$)

Об'єкт	с(І), мг/л		с(Br ⁻), мг/л	
	Титрування	Тест-метод (інтервал розкиду)	Титрування	Тест-метод (інтервал розкиду)
Морська вода	~ 0,06	0,05* ()	28 ± 4	30 (20-40)
Пластова вода	3,8 ± 0,3	3,75** (2-4)	61 ± 7	60*** (40-80)

5 10 20 30 40 80

Запишіть інтервал розкиду використовуючи правила представлення результатів тестового аналізу

* вода сконцентрована в 20 разів

** вода розбавлена в 5 разів

*** вода розбавлена в 5,5 раз