**13-ші зертханалық жұмыс**

**Темірді фотометриялық әдіс арқылы анықтау**

Темір сульфосалицил қышқылымен мықты ішкікомплекстік қосылыс түзеді. Түзілген комплекстік қосылыстың ерітіндісінің құрамы мен түсі ерітіндінің қышқылдығына тәуелді. Егер ерітіндінің рН 1,8 – 2,5 болса темірбен сульфасолицил қышқылының 1:1 қатынасындағы қызғылт-күлгін түсті катиондық комплекс түзіледі:

Түзілген темір моносульфасолицилатының максималды жұтылу сәулесінің ұзындығы λmax = 510 нм, ал молярлық сөндіру коэффициенті ε max = 1,8 ⋅ 10-3.

Ерітіндінің рН мәнін 4-8 дейін арттырғанда, ерітіндінің реңі бура-қызыл түске өзгереді және темірбен сульфасолицил қышқылының 1:2 қатынасындағы анионды бис-комплекстер түзіледі:

Сілтілік ортада (11,5>рН>9,0 ) сары түсті комплекстік қосылыс түзіледі (λmax = 416 нм, ε max = 5,8 ⋅ 10-3). Ертеректе темір мен сульфасолицил қышқылының осы сары түсті комплексінің түзілуі Fe3+-ге сульфасолицил қышқылының үшінші молекуласының келіп қосылу салдарынан туындауы мүмкін деген тұжырым бар болатын. Кейінгі кездерде жасалынған зерттеу нәтижелері бойынша сілтілік ортада темірбен сульфасолицил қышқылының сары түсті комплекстік қосылысының түзілуі оксигруппадан сутек иондарының бөлініп шығуымен байланысты болуы ықтимал екендігін көрсетуде, яғни бис-комплекстен H+ иондарының депротондалуы жүзеге асады:

Нәтижесінде, темірдің фенолдық топтамадағы оттегімен байланысы нығайып, бис-комплекстің максималды жұтылу сәулесінің ұзындығы, спектрдің қысқа толқынды мәндері жағына қарай ығысуы байқалады.

Ерітіндінің рН мәні 12-ден артып кетсе (рН>12) комплекстік қосылыс жойылып (бұзылып) темір гидроксиді тұнбаға түседі.

Fe (II) сульфасолицил қышқылымен боялған реңі бар қосылыстар түзбейді. Сілтілік ортада Fe (II)-ден Fe (III)-ге қарай тотығуы оңай. Сондықтан сульфасалицил қышқылының көмегімен Fe (II) мен Fe (III) қосындысын табуға болады.

Бұл жұмыста Fe (III) фотометриялық әдіспен анықтау рН 4,5 – 7,0 аралығында жүргізіледі. Темірдің (III) дисалицилат комплексінің боялу реңінің интенсивтілігін өлшеп, Fe (III) стандартты ерітінділерінің оптикалық тығыздығының (А, нм) – темір концентрациясына (С мкг/мл) тәуелділік графигі бойынша үлгідігі Fe (III) коцентрациясы анықталады.

**Реактивтер:**

Концентрациясы 0,1 мг/мл темірдің (III) ерітіндісі

Сульфосалицил қышқылының 10 %-дық ерітіндісі

рН 5 буферлі ерітінді

**Жұмыс барысы**

1) Концентрациясы 1,0 – 5,0 мкг/мл болатын темірдің 5 стандартты ерітіндісін даярлау керек (титр мәні 0,1 мг/мл –ге тең темірдің стандартты ерітіндісінің 0,5 – 2,5 мл-ін сыйымдылық көлемі 50 мл өлшеуіш колбаға құю қажет).

2) Құрамында темір бар зерттелуге алынған әлсіз қышқылды ерітіндіні сыйымдылығы 50 мл өлшеуіш колбаға құю керек.

3) Содан соң әрбір колбаға ерітіндінің көзге көрінер түсінің реңінің өзгеруі тоқтағанша 5,0 мл сульфасалицил қышқылы мен рН 5,5 буфер ерітінділірін тамызып ерітіндінің көзге көрінер түсінің реңінің өзгеруі тоқтаған соң 2 – 3 мл артық мөлшерін қосу қажет.

4) Ерітіндінің үстіне дистилденген суды өлшеуіш колбаның белгісіне дейін толтырып, ерітіндіні араластырып (өлшеуіш колбаны төңкеріп – аудару арқылы араластырып шайқау) ерітіу керек.

5) Ерітінділердің оптикалық тығыздығын өлшейміз (көк светофильтр, 400 – 450 нм, L = 10 мм).

6) Калибровкалы график арқылы ертіндідегі темірдің концентрациясын анықтаймыз.