

Spektrofotometryczne oznaczanie stężenia jonów żelaza(III)

ćwiczenie nr 26

opiekun mgr K. Łudzik

Zakres zagadnień obowiązujących do ćwiczenia

1. Prawo Lamberta–Beera.
2. Zastosowanie spektrofotometrii UV i VIS w analizie chemicznej.
3. Widma absorpcyjne a barwa substancji i jej struktura chemiczna.

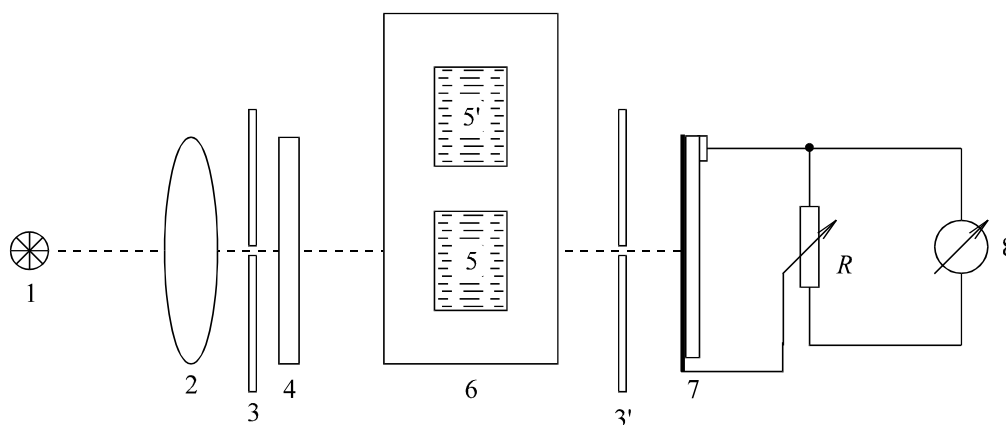
Literatura

1. Praca zbiorowa pod red. Woźnickiej J. i Piekarskiego H., *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii fizycznej*, Wydawnictwo U Ł, Łódź 2005.
2. Sobczyk L., Kiszka A., Gatner K., Koll A., *Eksperymentalna chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1982.
3. Brdička R., *Podstawy chemii fizycznej*, PWN, Warszawa 1970.
4. Garaj J. i in., *Fizyczne i fizykochemiczne metody analizy*, WNT, Warszawa 1981.
5. Praca zbiorowa pod red. Bielańskiego A., *Chemia fizyczna*, PWN, Warszawa 1980.
6. Kęcki Z., *Podstawy spektroskopii molekularnej*, PWN, Warszawa 1998.
7. Minczewski J., Marczenko Z., *Chemia analityczna*, t. 3, PWN, Warszawa 1985.

Celem ćwiczenia jest spektrofotometryczne oznaczenie stężenia jonów Fe(III) metodą rodankową na podstawie uzyskanej krzywej wzorcowej absorancji $A = f(c)$.

Układ pomiarowy

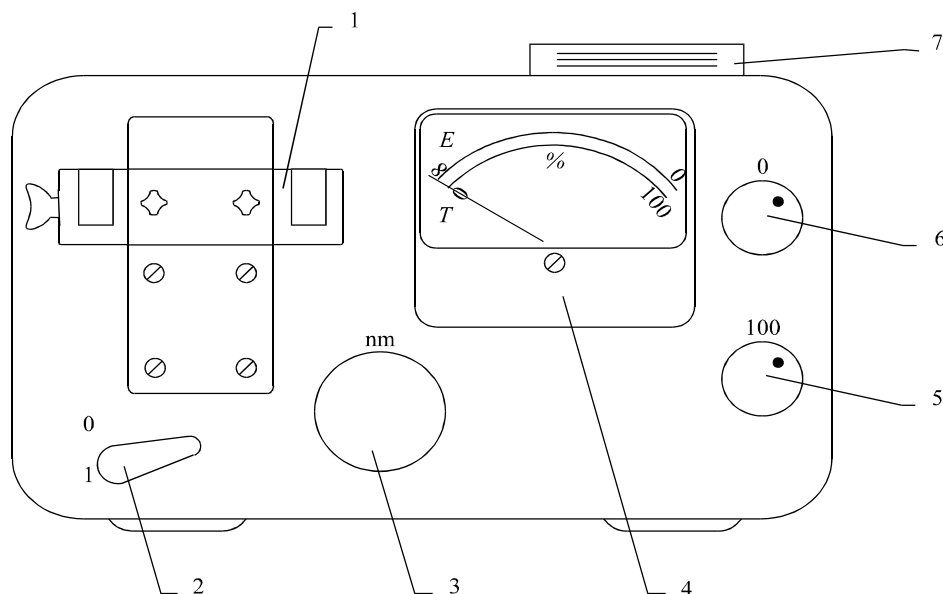
Absorpcję promieniowania w widzialnej części widma wodnych roztworów kompleksów żelazowo-rodankowych bada się przy użyciu spektrofotometru absorpcyjnego jednowiązkowego typu „Spekol” (firmy Zeiss, Jena). Rysunek 2 przedstawia schematycznie układ optyczno-elektryczny takiego przyrządu.



Rys. 2. Schemat spektrofotometru typu „Spekol”

Źródło światła (1) wysyła promienie, które po przejściu przez kondensator (2), przesłonę (3) i siatkę dyfrakcyjną (4) przechodzą przez kufkę (5) lub (5'). Kufki umieszczone są w ruchomym łożu (6) i zawierają odpowiednio badany roztwór (5) i rozpuszczalnik (5') stanowiący odnośnik. Po przejściu przez szczelinę (3') światło pada na fotoogniwo (7) którego sygnał rejestruje czuły galwanometr (8). Najczęściej skala przyrządu ma podziałkę logarytmiczną, na której odczytuje się bezpośrednio wartość absorpcji (w przyrządach starszego typu jest zachowany symbol ekstynkcji E) lub transmisji $\%T$. W celu wyeliminowania błędów związanych z rozproszeniem światła lub częściową absorpcją przez rozpuszczalnik, przyrząd zeruje się, ustawiając najpierw na drodze promieni kufkę wypełnioną czystym rozpuszczalnikiem.

Instrukcja obsługi spektrofotometru typu „Spekol”



Rys. 3. Płyta czołowa spektrofotometru typu „Spekol”.

1. Aparat włączyć do sieci.
2. Przełącznik zasilacza (niewidocznego na rysunku) ustawić w położenie I. Zapala się lampa (7) stanowiąca źródło promieniowania. Odczekać ok. 10 minut.
3. Za pomocą bębna (3) wybrać odpowiednią długość fali.
4. Nastawić punkt zerowy transmitancji na mierniku (4). W tym celu gałką (6) ustawić wskazówkę miernika na podziałce tak aby wskazywała zero z lewej strony dolnej skali przyrządu. *Przełącznik (2) fotokomórki znajduje się w położeniu „0”*
5. W przesuwanym łożu (1) ustawić po prawej stronie kuwetę zawierającą odnośnik (woda), a po lewej stronie kuwetę zawierającą roztwór badany.
6. Przesuwając łożo, wprowadzić na drogę wiązki światła kuwetę z odnośnikiem.
7. Przełącznik (2) przestawić w pozycję „1”. W ten sposób otwarta zostaje przesłona i wiązka światła po przejściu przez kuwetę pada na fotoogniwo.
8. Za pomocą gałki wzmacniacza (5) ustawić wskazówkę na podziałce „100” znajdującej się po prawej stronie dolnej skali miernika. *Dla aparatu oznacza to, że odnośnik jest przepuszczalny w 100 %*
9. Przesunąć łożo wprowadzając w bieg wiązki światła kuwetę z roztworem badanym.
10. Odczytać wartość absorpcji badanego roztworu na górnej skali miernika.

Uwagi:

- a. Fotoogniwo (2) może być otwarte tzn. znajduje się w pozycji „1”, jedynie na czas odczytu absorbancji
- b. Po prawej stronie umieszczamy zawsze kuwetę z odnośnikiem (woda)
- c. Kuwety należy trzymać w palcach po ich matowych stronach.
- d. Do osuszania kuwet służy wyłącznie lignina.
- e. W celu uniknięcia zmian stężenia przygotowanych roztworów, pipety należy przepłukać pobieranym roztworem. **STOSOWAĆ PIPETY ZGODNIE Z OZNACZENIEM**

Odczynniki chemiczne i sprzęt laboratoryjny:

roztwór o nieznanym stężeniu jonów Fe(III), roztwór wzorcowy jonów Fe(III) – 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,1 mg Fe, 10% roztwór KSCN, 32% roztwór HNO₃, 6 kolbek miarowych (50 cm³), 1 pipeta (5 cm³) do roztworu rodanku, 3 pipety (1 cm³) do roztworów: badanego, wzorcowego i kwasu azotowego, zlewka do wody destylowanej (250 cm³).

Wykonanie ćwiczenia i przedstawienie wyników pomiarów

Wyznaczanie analitycznej długości fali dla roztworu o nieznanym stężeniu jonów Fe(III) w mg cm⁻³ na podstawie zależności $A = f(\lambda)$

1. Do kolbki miarowej o pojemności 25 cm³ odmierzyć 0,5 cm³ roztworu o nieznanym stężeniu (przygotowanego wcześniej przez rozpuszczenie ałunu Fe(NH₄)(SO₄)₂·12H₂O w wodzie z dodatkiem kwasu siarkowego). Następnie dodać 1 cm³ 32% roztworu kwasu azotowego oraz 5 cm³ 10% roztworu rodanku potasu i dopełnić roztwór w kolbce miarowej wodą destylowaną do kreski.
2. Przygotowanym roztworem napełnić kuwetę i umieścić z lewej strony łoża. Analogicznie, druga kuweta napełniona wodą destylowaną powinna znajdować się po prawej stronie łoża.
3. Korzystając z instrukcji obsługi spektrofotometru typu SPEKOL zmierzyć wartość absorbancji A próbki względem wody jako odnośnika w kuwecie o grubości warstwy $l = 1$ cm, zmieniając długość fali od 410 nm do 590 nm co 10 nm. Dane zamieścić w tabeli wyników nr 1.

4. Sporządzić wykres widma, będący graficznym przedstawieniem zależności $A = f(\lambda)$.
5. Znaleźć długość fali λ_{max} (w zakresie od 460 nm do 490 nm), odpowiadającą maksimum absorbancji dla roztworu badanego. Wartość absorbancji tego roztworu A_x oraz λ_{max} zamieścić w tabeli wyników nr 1.

Tabela wyników nr 1.

λ [nm]	A
410	
590	
$\lambda_{max} =$	$A_x =$

Wyznaczanie krzywej wzorcowej $A = f(c_w)$

Dla analitycznej długości fali λ_{max} zbadać zależność absorbancji A od stężenia jonów Fe(III), obecnych w roztworach sporządzonych z roztworu wzorcowego, który zawiera 0,1 mg Fe(III) w 1 cm³ roztworu.

1. Do 5 kolbek miarowych o pojemności 25 cm³ odmierzyć kolejno następujące ilości roztworu wzorcowego: 1,1 cm³; 1,0 cm³; 0,9 cm³; 0,8 cm³ i 0,7 cm³. Następnie, dodać po 1 cm³ 32% HNO₃ oraz po 5 cm³ 10% KSCN. Roztwory w kolbach dopełnić do kreski wodą destylowaną i wymieszać.
2. Zmierzyć absorbancję poszczególnych roztworów względem wody destylowanej jako odnośnika dla analitycznej długości fali.
3. Uzyskane rezultaty badań zamieścić w tabeli wyników nr 2.

Opracowanie i dyskusja wyników pomiarów

1. Obliczyć stężenie jonów Fe(III) c_w wyrażone w mg cm⁻³ we wszystkich roztworach uzyskanych z roztworu wzorcowego.
2. Wykreślić krzywą wzorcową, czyli zależność absorbancji światła od stężenia jonów żelaza dla poszczególnych roztworów $A = f(c_w)$
3. Na podstawie uzyskanego wykresu, odczytać stężenie roztworu o nieznanym stężeniu, odpowiadające wartości A_x , (wyznaczonej w pierwszej części ćwiczenia).

4. Obliczyć stężenie molowe c jonów Fe(III) w mol dm^{-3} we wszystkich roztworach uzyskanych z roztworu wzorcowego.
5. Wykreślić, zgodnie z prawem Lamberta–Beera, zależność absorbancji A w funkcji stężenia molowego c roztworów.
6. Korzystając z uzyskanej zależności $A = f(c)$ wyznaczyć graficznie molowy współczynnik absorpcji ε .

Tabela wyników nr 2.

Nr badanego roztworu	Absorbancja A	Zawartość jonów żelaza Fe(III) w roztworze		Grubość kuwety l [cm]	Molowy współczynnik absorpcji ε [$\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$]
		Stężenie roztworu c_w [mg cm^{-3}]	Stężenie molowe roztworu c [mol dm^{-3}]		
Roztwór o nieznanym stężeniu					