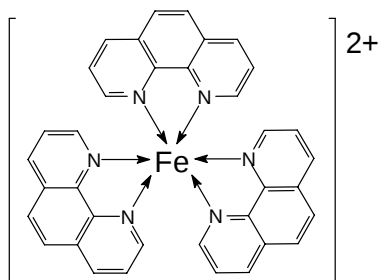


ĆW. 5 OZNACZANIE Fe^{2+} W POSTACI KOMPLEKSU Z o-FENANTROLINĄ METODĄ KRZYWEJ WZORCOWEJ I METODĄ ALGEBRAICZNĄ

ZASADA OZNACZENIA:

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie Fe^{2+} w postaci kompleksu chelatowego z o-fenantroliną, który w środowisku kwaśnym ma pomarańczowoczerwone zabarwienie.



Kompleks ten jest trwały w zakresie pH 2-9. Reakcję przeprowadza się w środowisku buforu cytrynianowego. Przed dodaniem o-fenantroliny należy zredukować Fe^{3+} do Fe^{2+} za pomocą hydroksyloaminy. Hydroksyloamina redukuje Fe^{3+} ilościowo na zimno w ciągu kilku minut.

Ćwiczenie polega na wykonaniu serii r-rów wzorcowych, zmierzeniu ich absorbancji, wykreśleniu krzywej zależności w układzie $A=f(c)$, a następnie zmierzeniu absorbancji otrzymanej próbki i obliczeniu stężenia żelaza na podstawie wykresu oraz metodą algebraiczną na podstawie prawa Lamberta-Beera.

PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW:

- 1.** Roztwór podstawowy Fe^{3+} - naważkę 0,8635 g ałunu żelazowo-amonowego $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w kolbie miarowej na 1000 cm^3 z dodatkiem 5 cm^3 stęż. H_2SO_4 i uzupełnić do kreski wodą destylowaną. ($c = 0,1 \text{ mg Fe}^{3+}/\text{cm}^3$).
- 2.** 0,25% roztwór o-fenantroliny w HCl. Naważkę 0,25g o-fenantroliny rozpuszczamy w $91,5 \text{ cm}^3$ wody dest. z dodatkiem $8,5 \text{ cm}^3$ stęż. HCl o $d=1,19 \text{ kg/dm}^3$.
- 3.** 10% roztwór wodny cytrynianu sodowego. Naważkę 10g cytrynianu sodowego rozpuścić w 90 cm^3 wody dest.
- 4.** 10% r-r chlorowodoru hydroksyloaminy. Naważkę 10g chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuścić w 90 cm^3 wody dest. (**świeżo przygotowany**)

SPRZĘT:

- 1.** Spektrofotometr obejmujący długość fali $\lambda = 525 \text{ nm}$.
- 2.** 7 kolbek miarowych o poj. 50 cm^3 .
- 3.** Mikrobiureta o poj. 1 cm^3 .
- 4.** Zlewka o poj. 200 cm^3 .
- 5.** Pipeta miarowa o poj. 2 cm^3 .
- 6.** Dwie pipety miarowe o poj. 5 cm^3 .

WYKONANIE ĆWICZENIA :

- 1.** Włączyć spektrofotometr i odczekać 15 min. do nagrzania aparatu.
- 2.** Do 6 kolb miarowych o poj. 50 cm^3 odmierzyć za pomocą mikrobiurety kolejno $0,00 \text{ cm}^3$ (ślepa próba); $0,20 \text{ cm}^3$; $0,40 \text{ cm}^3$; $0,60 \text{ cm}^3$; $0,80 \text{ cm}^3$ i $1,00 \text{ cm}^3$ podstawowego r-ru Fe^{3+} . Następnie za pomocą pipety do wszystkich kolb dodać kolejno po 2 cm^3 10% r-ru chlorowodoru hydroksyloaminy, po 5 cm^3 10% r-ru cytrynianu sodowego i po 5 cm^3 0,25% r-ru o-fenantroliny, kolbki uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Tak przygotowane r-ry zawierają odpowiednio: 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; $2,0 \mu\text{g Fe}^{2+}/\text{cm}^3$.

- 3.** Wybrać opcję pomiaru absorbancji.
- 4.** Ustawić długość fali $\lambda = 525 \text{ nm}$.
- 5.** Do spektrofotometru w bieg promieni wstawić kuwetę zawierającą ślepą próbę i ustawić wskazanie 0,00 absorbancji lub 100% transmitancji.
- 6.** Następnie wstawić kuwetę z r-rem wzorcowym i odczytać jej absorbancję notując ją w dzienniku ćwiczeń, w tabelce. Zanotować również grubość kuwety zawierającej roztwór. Analogicznie postępować z pozostałymi roztworami wzorcowymi.
- 7.** Do próbki, otrzymanej w kolbie miarowej o poj. 50 cm^3 , dodać wszystkie odczynniki w ilościach i kolejności jak w punkcie 2. Następnie uzupełnić kolbkę wodą dest. do kreski.
- 8.** Zmierzyć absorbancję r-ru badanego i zapisać jej wartość w dzienniku ćwiczeń.
- 9.** Pomiary powtarzamy jeszcze dwukrotnie wykonując łącznie 3 serie pomiarów.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

(wyniki opracować dwoma sposobami: metodą algebraiczną i metodą krzywej wzorcowej za pomocą arkusza kalkulacyjnego „Excel”. Przedstawić je w czytelnej i przejrzystej formie)

I) Metoda krzywej wzorcowej.

- 1.** Dla każdej serii pomiarów wykreślić krzywą wzorcową $A=f(c)$, korzystając z metody najmniejszych kwadratów i tak dobierając jednostki na osiach układu współrzędnych, aby kąt nachylenia krzywej wynosił ok. 45° .
- 2.** Dla każdej serii pomiarów na podstawie krzywej wzorcowej określić stężenie Fe^{2+} w badanym roztworze w $\mu\text{g}/\text{cm}^3$.
- 3.** Obliczyć średnią wartość stężenia.
- 4.** Obliczyć masę żelaza w otrzymanej do analizy próbce według wzoru:

$$m = 50 \cdot c$$

m - masa żelaza w otrzymanej próbce,

50 - objętość kolbki z badaną próbką, $[\text{cm}^3]$

c – średnia wartość stężenia Fe^{2+} określona na podstawie krzywej wzorcowej $[\mu\text{g}/\text{cm}^3]$.

II) Metoda algebraiczna.

- 1.** Dla każdego roztworu wzorcowego obliczyć absorbcję właściwą korzystając z prawa Lamberta-Beera: $A = a \cdot c \cdot l$

A – absorbancja wzorca;

a – absorbcja właściwa $[\text{cm}^2/\mu\text{g}]$;

c – stężenie wzorca $[\mu\text{g}/\text{cm}^3]$;

l – grubość warstwy roztworu (grubość kuwety) $[\text{cm}]$.

- 2.** Wyznaczyć średnią wartość absorpcji właściwej dla każdej pomiarów.
- 3.** Korzystając z wyznaczonych współczynników absorpcji właściwej i z prawa Lamberta-Beera, obliczyć stężenie Fe^{2+} w badanym roztworze (w $\mu\text{g}/\text{cm}^3$) dla każdej serii pomiarów.
- 4.** Obliczyć średnią wartość stężenia dla trzech serii pomiarów.
- 5.** Obliczyć masę żelaza w otrzymanej do analizy próbce według wzoru:

$$m = 50 \cdot c$$

m - masa żelaza w otrzymanej próbce,

50 - objętość kolbki z badaną próbką, $[\text{cm}^3]$

c – średnia wartość stężenia Fe^{2+} określona metodą algebraiczną $[\mu\text{g}/\text{cm}^3]$.