

ĆW. 8 OZNACZANIE Fe^{3+} METODĄ MIARECZKOWANIA SPEKTROFOTOMETRYCZNEGO.

ZASADA OZNACZENIA:

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie Fe^{3+} . Miareczkowanie spektrofotometryczne jest metodą oznaczania stężenia substancji w roztworze, polegająca na pomiarze ekstynkcji (absorbancji) roztworu, zmieniającej się podczas miareczkowania. Żelazo tworzy z KSCN w środowisku kwaśnym krwistoczerwony kompleks. Jony Fe^{3+} mogą się redukować pod wpływem jonów SCN^- , szczególnie w obecności światła, co może powodować zanik zabarwienia roztworu. Dlatego próbki do miareczkowania należy przygotować bezpośrednio przed miareczkowaniem. Podczas miareczkowania roztworem EDTA powstaje bezbarwny kompleks Fe^{3+} z EDTA, który jest znacznie trwalszy od barwnego kompleksu Fe^{3+} z KSCN.

ODCZYNNIKI I APARATURA:

- 1.** Roztwór podstawowy Fe^{3+} : naważkę 8,6350 g alunu 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 . ($c=1\text{mg Fe}/\text{cm}^3$)
- 2.** R-r mianowany EDTA (sól dwusodowa kwasu wersenowego $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o stężeniu 0,005 mol/dm^3 .
- 3.** 1% r-r KSCN (1 g rozpuścić w 99 cm^3 wody dest.).
- 4.** R-r H_2SO_4 o stężeniu 0,05 mol/dm^3 .

- 5.** Spektrofotometr obejmujący długość fali $\lambda = 525 \text{ nm}$ z przystawką do miareczkowania spektrofotometrycznego.
- 6.** Kolba miarowa 50 cm^3 .
- 7.** Biureta 10 cm^3 .
- 8.** Pipeta Mohra 10 cm^3 .
- 9.** Pipeta 5 cm^3 .
- 10.** Pipeta 1 cm^3 .

WYKONANIE ĆWICZENIA:

- 1.** Włączyć spektrofotometr i odczekać 15 min. do nagrzania aparatu.
- 2.** Przykręcić przystawkę do miareczkowania do aparatu. Nastawić długość fali $\lambda = 525 \text{ nm}$.
- 3.** Przymocować statyw i biuretę na 10 cm^3 do przystawki.
- 4.** Dokładnie wyczyścić kuwetę o poj. 30 cm^3 .
- 5.** Ustawić na spektrofotometrze wskazanie 0 absorbancji (100% transmitancji). W tym celu wykonać ślełą próbę: wlać 15 cm^3 wody dest., wlać 0,2 cm^3 r-ru KSCN, 5 cm^3 r-ru H_2SO_4 , 1 cm^3 r-ru EDTA, wrzucić mieszadełko magnetyczne.
- 6.** Kuwetę ze ślełą próbą włożyć w imak przystawki i wsunąć w bieg promieni.
- 7.** Włączyć mieszadło magnetyczne.
- 8.** Ustawić 0 absorbancji (100% transmitancji).
- 9.** Otrzymaną próbkę rozcieńczyć w kolbie miarowej na 50 cm^3 do kreski wodą dest.
- 10.** Za pomocą pipety odmierzyć do kuwety dokładnie 10 cm^3 otrzymanej i rozcieńczonej próbki, następnie dodać: 0,2 cm^3 r-ru KSCN, 5 cm^3 r-ru H_2SO_4 i 5 cm^3 wody. Wrzucić mieszadełko magnetyczne, kuwetę umieścić w imaku przystawki.
- 11.** Biuretę na 10 cm^3 napełnić r-rem EDTA.
- 12.** Kuwetę umieścić w biegu promieni, włączyć mieszadełko i odczytać absorbancję, wynik zanotować w dzienniku ćwiczeń, w tabelce wg wzoru:

Lp.	$V_{\text{EDTA}} [\text{cm}^3]$.	A (absorbancja)
1	0,00	...
2	0.21	...
3	0,40	...
...	...	...

13. Wkraplać z biurety po około 0,2 cm³ EDTA za każdym razem notując w tabelce absorbancję i objętość wkroplonego roztworu EDTA (dokładny odczyt z biurety). Pod koniec miareczkowania wkraplamy po 0,05 cm³ titranta, tak długo aż 5 ostatnich wskazań powtórzy się.

14. Miareczkowanie powtórzyć 2 razy.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

- W arkuszu kalkulacyjnym wykreślić krzywe miareczkowania: $A=f(V_{\text{titr}})$ na podstawie danych z dziennika ćwiczeń i wyświetlić równania otrzymanych prostych.
- Na podstawie otrzymanych równań obliczyć punkty końcowe miareczkowania.
- Obliczyć masę żelaza w otrzymanej próbce według wzoru:

$$m_{\text{Fe}} = c_{\text{mol EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} \cdot M_{\text{Fe}} \cdot W$$

gdzie: W - współmierność kolby i pipety.
 m_{Fe} - masa żelaza w otrzymanej próbce, w mg,
 $c_{\text{mol EDTA}}$ - stężenie roztworu EDTA w mmol/cm³,
 V_{EDTA} - objętość wmiareczkowanego EDTA w cm³,
 M_{Fe} - masa molowa żelaza w mg/mmol,