

## Spektrofotometria II (SPFII)

### Cel ćwiczenia

Oznaczenie jonów żelaza ( II ) w postaci kompleksu z o- fenantroliną techniką dodatku wzorca.

### Sprzęt

- spektrofotometr Spekol 10 (VIS)
- kolbki miarowe 50 ml
- pipety 1, 2, 5 i 10 ml
- kuwety szklane 1 cm

### Odczynniki

- roztwór wzorcowy  $\text{Fe}^{3+}$  0,1 mg/ml
- 0,25% roztwór o-fenantroliny ( 1,10 – fenantrolina )
- 10% roztwór chlorowodoru hydroksyloaminy
- 10% roztwór cytrynianu sodowego

### Tok postępowania opracowanie wyników

1. Na podstawie widma absorpcji kompleksu  $\text{Fe}^{2+}$  z o-fenantroliną ( **wykres 1** ) wybrać analityczną długość fali (  $\lambda$  ).

2. Przygotować roztwór **I** oraz roztwór odnośnika ( tzw. „ślepa próba” ) i po upływie 5 min zmierzyć 3-krotnie absorbancję tego roztworu względem odnośnika przy wybranej długości fali.

**Roztwór I**  $\Rightarrow$  10 ml badanego roztworu, 2 ml 10% roztworu hydroksyloaminy, 5 ml 10% roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml 0,25% roztworu o-fenantroliny uzupełnić wodą destylowaną do kreski w kolbce miarowej ( 50 ml ) i starannie wymieszać.

3. Po przeanalizowaniu krzywej wzorcowej (! wartość  $A_{\text{roztwór I}}$  ) otrzymanej od prowadzącego ( **wykres 2** ) przygotować 2 roztwory robocze ( roztwór **II** i **III** ) w kolbkach o pojemności 50 ml.

**Roztwór II**  $\Rightarrow$  10 ml badanego roztworu, 0,25 ml wzorca  $\text{Fe}^{3+}$ , 2 ml 10% roztworu hydroksyloaminy, 5 ml 10% roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml 0,25% roztworu o-fenantroliny uzupełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać.

**Roztwór III**  $\Rightarrow$  10 ml badanego roztworu, 0,50 ml wzorca  $\text{Fe}^{3+}$ , 2 ml 10% roztworu hydroksyloaminy, 5 ml 10% roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml 0,25% roztworu o-fenantroliny uzupełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać.

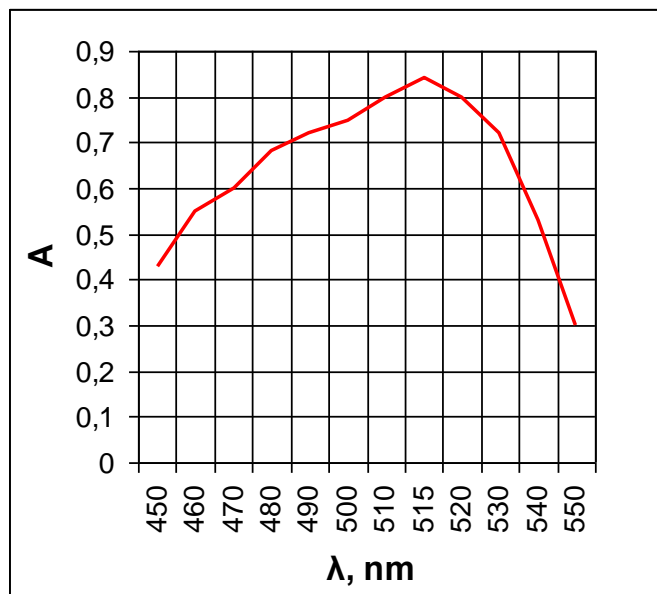
„Ślepa próba „  $\Rightarrow$  2 ml 10% roztworu hydroksyloaminy, 5 ml 10% roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml 0,25% roztworu o-fenantroliny uzupełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać.

4. Po upływie 5 min zmierzyć 3-krotnie absorbancję roztworów **II** i **III** względem „ślepej próby” jako odnośnika przy wybranej długości fali.

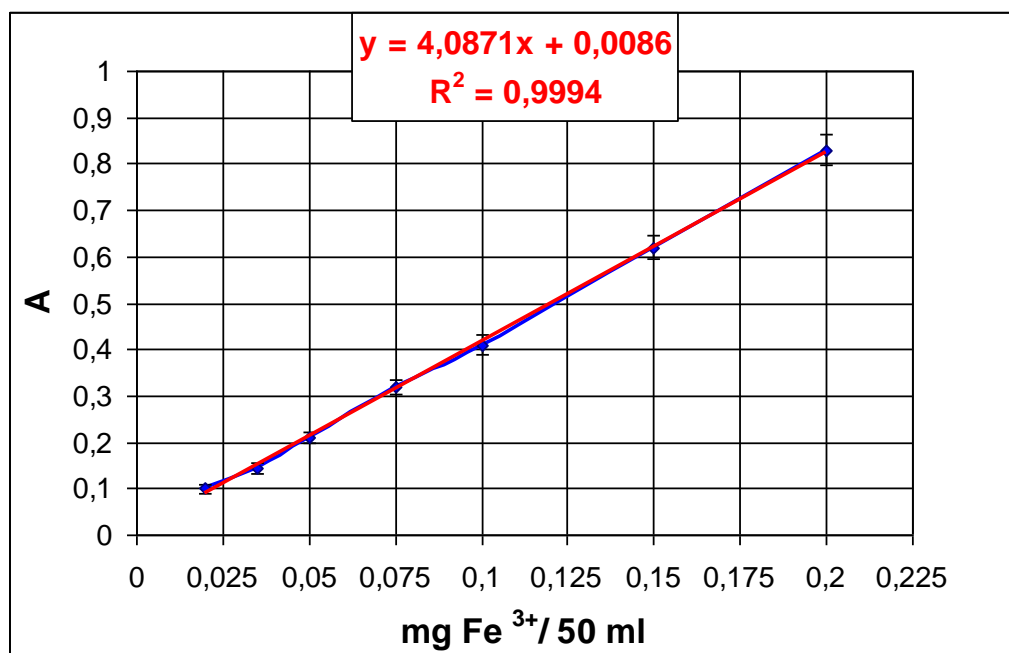
### Opracowanie wyników

1. Obliczyć średnie wartości absorbancji dla każdego roztworu ( **I**, **II** i **III** ).

2. Stężenie żelaza (mg/50 ml) w badanym roztworze wyznaczyć metodą graficzną ( na podstawie równania otrzymanej krzywej ) i podać jego stężenie w  $1 \text{ dm}^3$  próbki.



Wykres 1. Widmo absorpcji kompleksu Fe<sup>2+</sup> z o-fenantroliną



Wykres 2. Krzywa wzorcowa dla kompleksu Fe<sup>2+</sup> z o-fenantroliną