

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 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 Fe^{2+} z o-fenantroliną (**wykres 1**) wybrać analityczną długość fali (λ).

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 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 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.

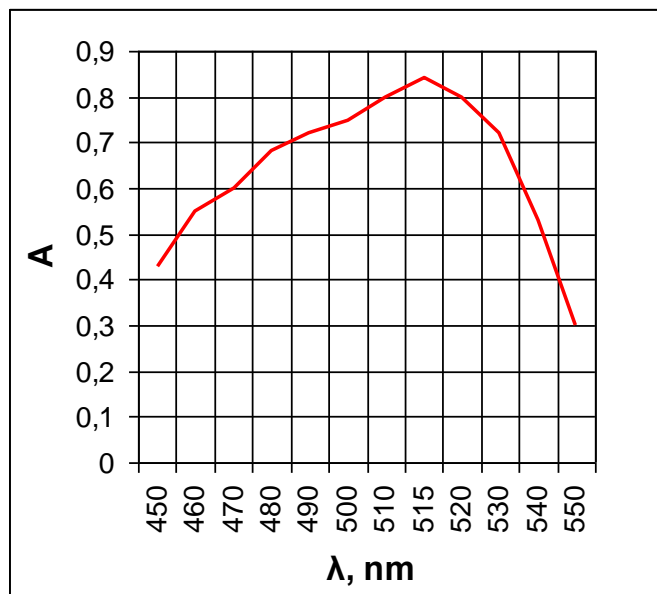
„Ślepa próba „ \Rightarrow 2 ml 10% roztworu hydroksyloaminy, 5 ml 10% roztworu cytrynianu sodowego i 5 ml 0,25% roztworu o-fenantroliny uzupełnić wodą destylowaną do kreski i starannie wymieszać.

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

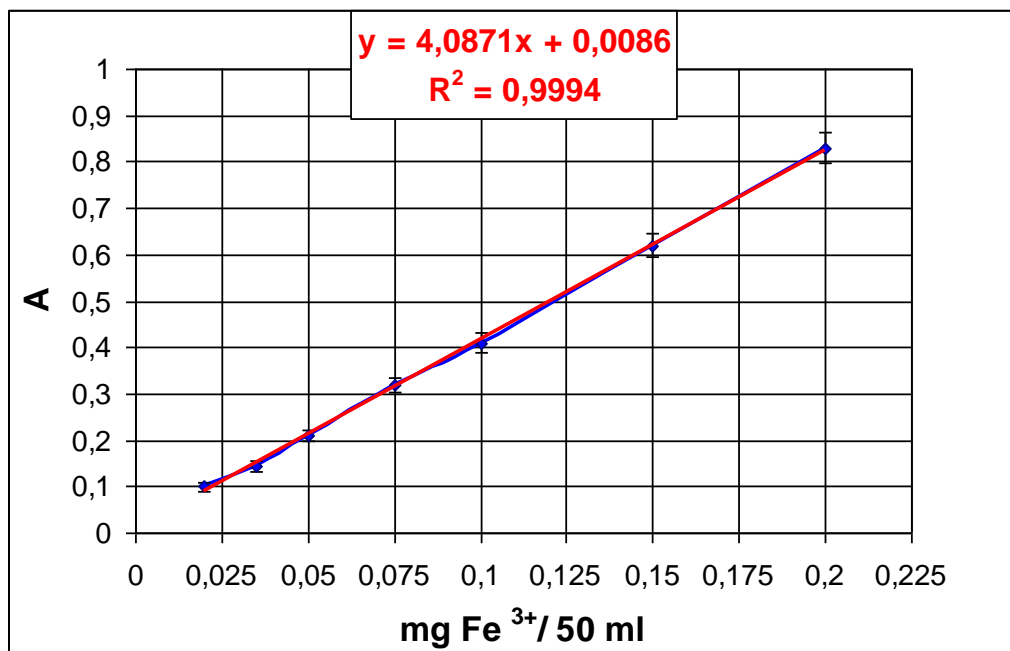
Opracowanie wyników

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 dm^3 próbki.



Wykres 1. Widmo absorpcji kompleksu Fe²⁺ z o-fenantroliną



Wykres 2. Krzywa wzorcowa dla kompleksu Fe²⁺ z o-fenantroliną