

Stanovení koncentrace železnaté soli

Aleš Mareček

Výstup RVP: žák se seznámí s moderní měřicí technikou a propojí poznatky z oblasti fyziky s metodami chemické analýzy, dále si rozšíří vědomosti z oblasti komplexních sloučenin; při přesné práci s byretou se rovněž rozvíjí jeho psychomotorické schopnosti

Klíčová slova: absorpance, kalibrační křivka

Laboratorní práce

Doba na přípravu:

15 min

Doba na provedení:

90 min

Obtížnost:

střední

Úkol Na základě fotometrického stanovení určete koncentraci železnaté soli a výsledek ověřte manganometrickou tirací.

1. Na základě měření absorpance připravených roztoků vytvořte kalibrační křivku pro stanovení obsahu železnatých iontů.
2. Za využití kalibrační křivky stanovte koncentraci železnatých iontů ve vzorku.
3. Koncentraci vzorku ověřte i manganometricky.

Pomůcky **Chemikálie:** heptahydrát síranu železnatého, manganistan draselný, kyselina sírová

Sklo: 2 odměrné baňky 100 cm³, 4 odměrné baňky 25 cm³, byreta, pipeta o objemu 10 cm³, titrační baňka

Přístroje: spektrometr SpectroVis Plus, počítač s programem Logger Pro

Teoretický úvod

Princip fotometrie Některé látky částečně pohlcují záření, které jimi prochází. „Množství“ dopadajícího záření charakterizuje veličina označovaná jako intenzita. **Intenzitu** záření dopadajícího na vzorek označíme jako I_0 a intenzitu záření, které vzorkem prošlo, jako I . Poměr intenzit prošlého a dopadajícího záření označíme jako propustnost neboli **transmitanci** T .

$$T = \frac{I}{I_0}$$

Transmitance se v některých případech uvádí v procentech. Pro toto vyjádření je třeba hodnotu T získanou jako podíl intenzit dopadajícího a prošlého záření vynásobit stem.

Záporně vzatý dekadický logaritmus propustnosti (transmitance) se označuje jako **absor-
bance** A .

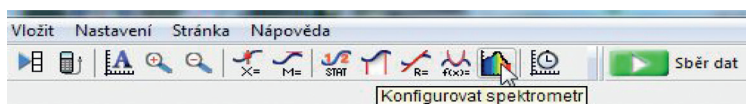
$$A = -\log T$$

Obě veličiny jsou funkcí vlnové délky a jsou bezrozměrné. **Transmitance** nabývá hodnot od 0 (naprosto nepropustný vzorek) do 1 (zcela propustný vzorek). **Absor-
bance** nabývá hodnot od 0 (vzorek neabsorbuje) do ∞ (absorbuje všechny vlnové délky).

Graf závislosti absorpance a transmitance na vlnové délce se nazývá **spektrum**. Na osu x je vynesena vlnová délka dopadajícího záření a na osu y hodnota transmitance nebo absorpance.

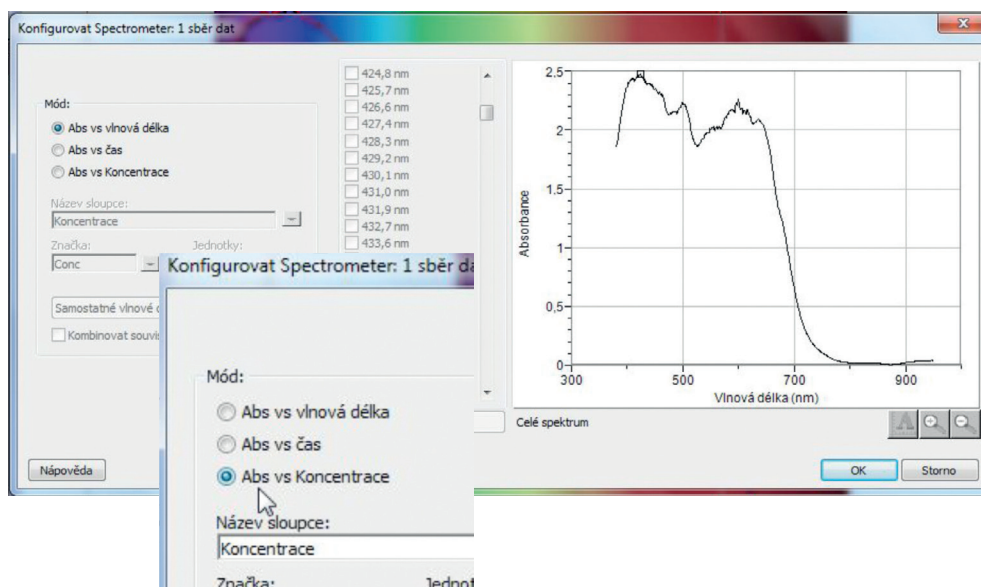
Měření kalibrační křivky

1. Podle návodu (viz níže) připravte koncentrace pro měření kalibrační křivky.
2. měřte spektrum jednoho vzorku. Po ukončení sběru dat stiskněte tlačítko **Konfigurovat spektrometr**.



3. Zobrazí se spektrum měřené látky. V nabídce na levé straně okna zatrhněte **Abs vs
Koncentrace**.

Stanovení koncentrace železnaté soli

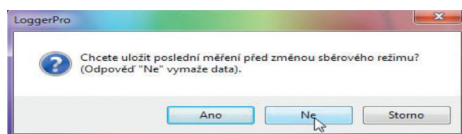


Fotometr vypíše několik vlnových délek, při nichž je absorpce nejvýraznější. Označena je vlnová délka s maximální absorbancí, při které bude fotometr měřit automaticky. Zatržením jiného políčka na levé straně nabídky vlnových délek však můžete zvolit i jinou vlnovou délku.

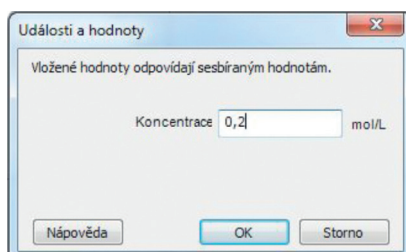
Pozn.: Je dobré si před laboratorní prací proměřit spektra několika různě koncentrovaných roztoků zkoumané látky a nechat si přístrojem nabídnout vlnovou délku měření. Často se mohou automaticky nabízené vlnové délky pro různé koncentrace lišit. V tomto případě proměřte vzorky pro kalibrační křivku na všech navržených vlnových délkách. Pro další měření použijte vlnovou délku, na které kalibrační křivka nejlépe spojuje naměřené hodnoty absorpance. V některých případech bude nejlépe vyhovovat vlnová délka, kterou jste naměřili při vysoké koncentraci roztoku.

Po volbě vhodné vlnové délky stiskněte tlačítko **OK**.

4. Následuje dotaz na uložení dat před započítáním režimu sběru dat. Zvolte **Ne**.



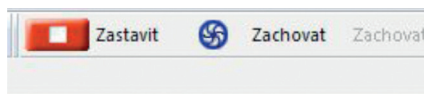
5. Kliknutím na **Sběr dat** zahajte měření.



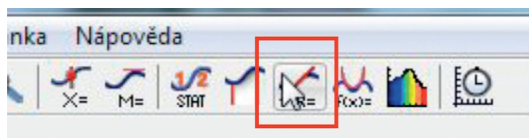
Stanovení koncentrace železnaté soli

úloha
16

6. Jakmile přístroj změří absorbanci v první kyvetě, stiskněte tlačítko **Zachovat** a do okna, které se objeví, запиšte hodnotu koncentrace měřeného roztoku. Po stisknutí **OK** můžete vložit další vzorek a 6. krok opakovat.

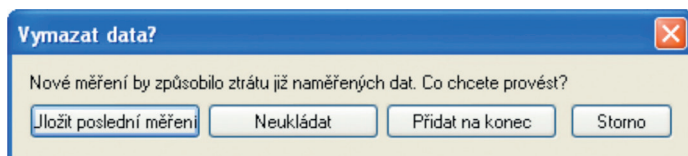


7. Po proměření posledního vzorku stiskněte tlačítko **Zastavit**. Získanými body proložte přímkou (tlačítko **Proložit přímkou**) a kalibrační křivka je hotova.

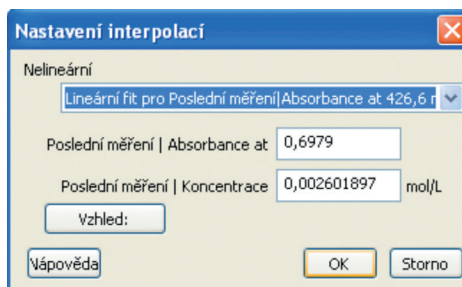
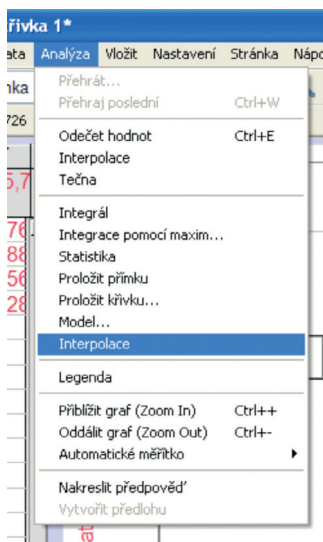


Stanovení koncentrace neznámých vzorků

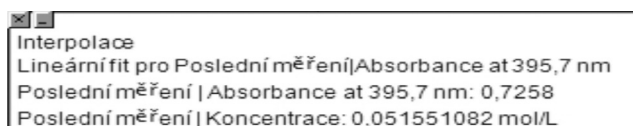
1. Po vložení kyvety se zkoumaným vzorkem stiskněte opět tlačítko **Sběr dat**. Objeví se nabídka, z níž zvolíte **Přidat na konec**.



2. Poté, co se v grafu objeví bod, který přísluší měřenému vzorku, zadejte v menu **Analýza** povel **Interpolace** (pozor! **spodním tlačítkem** – jsou tam dvě). Program zobrazí okno s údajem o koncentraci.



3. Po stisknutí tlačítka **OK** panel zmizí a až po zastavení měření se v grafu objeví zjištěný údaj o koncentraci.



Stanovení koncentrace železnaté soli

4. Pro měření koncentračních závislostí, u kterých očekáváte kvantitativní výsledek (stanovení koncentrace), je třeba volit koncentrační rozpětí, pro které nebude (alespoň ne o velkou hodnotu) absorpance přesahovat hodnotu 1.

Vypracování Železnaté ionty se v roztoku vyskytují ve formě kationů hexaaquaželeznatých $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ a absorbují záření z oblasti viditelného světla. Této skutečnosti využijete při stanovení jejich koncentrace.

Pro měření kalibrační křivky připravte 100 cm^3 $0,1 \text{ M}$ roztoku železnatých iontů. Použijte heptahydrát síranu železnatého. Navažte $2,779 \text{ g}$ této látky a kvantitativně spláchněte do odměrné baňky o objemu 100 cm^3 . Roztok okyselte kyselinou sírovou a doplňte po rysku vodou. Připravený roztok nalijte do byrety a do čtyř baněk o objemu 25 cm^3 odměřte postupně 20 ; 15 ; 10 a 5 cm^3 roztoku.

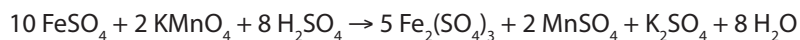
Před měřením kalibrační křivky pořídte spektra všech připravených roztoků a zjistěte, jaké vlnové délky vám pro měření kalibrační křivky v jednotlivých případech spektrometr navrhuje (nezapomeňte proměřit i neředěný roztok). Pokud se vlnové délky, které spektrometr nabídne pro různé koncentrace, budou lišit, využijte nejprve tu, která bude přístrojem navržena pro koncentrace připravené pro kalibrační křivku. V případě, že bude naměřená křivka vykazovat velké chyby, změřte kalibrační křivku při dalších fotometrem navržených vlnových délkách.

Po naměření kalibrační křivky připravte ze zbývajících zásobního roztoku vzorky pro kontrolu kalibrační křivky. Připravujte vždy koncentrace, které se nacházejí mezi body kalibrační křivky. Zapište si údaj o objemu použitého zásobního roztoku a koncentraci vypočtenou pro ředění. Tu porovnejte s koncentrací, kterou přístroj odečte z kalibrační křivky. Ze získaných hodnot (teoretické a prakticky naměřené) vypočítejte procentickou odchylku teorie a praxe.

Nyní proměřte vzorek připravený učitelem.

Koncentraci vzorku zadaného učitelem zjistěte i manganometrickou titrací. Pro stanovení pipetujte vždy 10 cm^3 vzorku. Ke stanovovanému roztoku do titrační baňky přidejte 5 cm^3 20% roztoku kyseliny sírové a titrujte $0,02 \text{ M}$ roztokem manganistanu draselného do trvale fialového zbarvení.

Reakce probíhá podle rovnice:



1 cm^3 $0,02 \text{ M}$ KMnO_4 odpovídá $27,79 \cdot 10^{-3} \text{ g}$

Uvedený údaj ověřte výpočtem, který uvedete do protokolu.

Výsledky obou stanovení porovnejte.

Stanovení koncentrace železnaté soli

Aleš Mareček

Laboratorní úkol je z oblasti analytické chemie. Žáci v průběhu práce porovnají fotometrické stanovení koncentrace železnatých iontů se stanovením manganometrickým.

- Pro zvládnutí celé úlohy v čase dvou vyučovacích hodin je třeba, aby žáci pracovali ve dvojicích a dobře si práci zorganizovali.
- Je nutné, aby žáci měli návod pro tuto laboratorní práci již před jejím vypracováním a mohli si vypracování promyslet, případně konzultovat nejasnosti.
- Před vlastním provedením je třeba žáky upozornit, že úloha je ve vymezeném čase proveditelná, ale velmi záleží na tom, jak si dvojice rozdělí práci.
- Před vypracováním této úlohy je vhodné zařadit úlohy *Barevnost chemických látek* a *Stanovení koncentrace kationu přechodného prvku*, které ji logicky předcházejí.
- Pro přípravu vzorků, které budou žáci stanovovat, je vhodné použít 1 M roztok heptahydrátu síranu železnatého. Jako vzorek pro žáky odměřit z byrety do odměrných baněk o objemu 100 cm³ 3 až 7 cm³ roztoku. Žáci provedou naředění a vzorek stanoví fotometricky i titračně.
- Roztok 0,02 M manganistanu draselného je dobré žákům poskytnout.
- Chyba fotometrického stanovení se pohybuje od 1 do 5%.

**Kalibrační
křivka
železnaté
soli**

