

Spektrofotometrie

Jméno:

Datum:

Úvod

Na vodovodním potrubí došlo někde k nehodě a chvíli panu učiteli doma tekla rezavá voda. Pan učitel odebral vzorek vody a donesl jej na chemický rozbor pro studenty do laboratorního cvičení. Pana učitele zaujala barva a rád by zjistil, zdali obsahuje železo a případně jaké množství.

Tento vzorek jste dostali na prozkoumání do rukou mimo jiné právě vy. Budete v týmu pracovat na odhalení tohoto problému.

Cíle

- Zjistěte koncentraci železitých iontů ve vodě.

Pomůcky

Spektrofotometr, odměrné baňky, kádinky, tyčinky, plastové kyvety, skleněné pipety s pipetovacím balonkem, Pasteurova pipeta

Chemikálie

roztok chloridu železitého o koncentraci 5 g/l roztok thiokyanatanu draselného o koncentraci 20 g/l

Postup práce – než začneme s laborováním

1. Znáte nějaký zábavný demonstrační pokus, ve kterém se využívá reakce Fe^{3+} s SCN^- ? Pokud vás hned nenapadá, tak poproste vyučujícího o jeho předvedení. Popište princip experimentu.

2. Jakou barvu tyto látky po smíchání vytvořily?

3. Zkuste napsat rovnici reakce:

4. Existuje ještě jeden problém. Chlorid železitý se vyskytuje mnohdy jako hexahydrátu. Přepočítejte vaši navážku hexahydrátu chloridu železitého na bezvodý chlorid železitý.

A. Barevnost roztoku

1. Čím je dána intenzita barvy roztoku? Při zvyšování koncentrace látky v roztoku bude roztok více, či méně barevný? Formulujte vaši hypotézu. Zdůvodněte.
2. Navrhněte experiment, kterým ověříte vaši hypotézu.
3. Experiment proved'te. Shoduje se výsledek vašeho experimentu s vaší hypotézou?

B. Neznámý roztok a kolorimetrie

1. Chcete v neznámém vzorku měřit koncentraci železitých iontů. Co byste mohli provést s neznámým vzorkem, abyste mohli určit, kolik obsahuje železitých iontů? Navrhněte úpravu roztoku.
2. Šlo by stanovit přibližnou koncentraci železitých iontů v roztoku jen „okometricky“? Pokud ano, navrhněte experiment, jak by se to dalo provést. („okometricky“ = lze vidět pouhým pohledem)
3. Pro praktické provedení experimentu si budete potřebovat nachystat několik roztoků pro porovnání. Jak tyto roztoky připravíte? Jeden reaktant by měl být ve větším nadbytku než druhý. Dle toho, že znáte reakci, a víte, že v neznámém vzorku chcete stanovit železité ionty, který reaktant budete mít v nadbytku?

4. Pro vhodnou barvu roztoku dostanete nápovědu. Do odměrné baňky odpipetujte 1 ml zásobního roztoku chloridu železitého. Nyní přidáte nadbytek thiokyanatanu draselného – přidejte 5 ml roztoku KSCN.

Množství KSCN zůstane neměnné i pro další roztoky. Navrhněte podle intenzity barvy, zda další roztoky připravíte zvětšením či zmenšením koncentrace železitých iontů. Připravte si takto několik roztoků dle vašeho uvážení. Určitě nepřekračujte 6 ml roztoku chloridu železitého.

Vždy do tabulky dopište i hmotnostní koncentraci chloridu železitého v daném roztoku.

Roztok č.	$V(\text{FeCl}_3)$ (ml)	$c(\text{FeCl}_3)$ (g/l)	$V(\text{KSCN})$ (ml)
1	1		5
2			5
3			5
4			5
5			5
6			5
7			5

5. K neznámému vzorku ve 100ml odměrné baňce přidejte 5 ml roztoku KSCN, který máte k dispozici, a doplňte vodou do 100 ml.
6. Zkuste porovnat vámi upravený neznámý vzorek s připravenými roztoky pomocí vašeho zraku. Jakému množství chloridu železitého přibližně odpovídá?

$m(\text{FeCl}_3) = \text{_____ g}$

C. Neznámý roztok a spektrofotometrie

1. Kromě zrakové metody lze použít i propracovanější metodu – spektrofotometrii.
2. Nejdříve je nutné provést kalibraci, tu provedete s vloženou plastovou kyvetou naplněnou destilovanou vodou.
3. Po kalibraci přichází na řadu samotné měření. Vždy nalijte připravený roztok z části B do plastové kyvety a tu vložte do přístroje a proveďte měření.
4. Takto proměřte všechny připravené roztoky z části B i upravený neznámý vzorek.
5. Při vyhodnocení si zvolte vlnovou délku, při které barevné roztoky maximálně absorbují.
6. Vytvořte graf závislosti absorpance na koncentraci železitých iontů v roztoku.

D. Neznámý roztok a spektrofotometrie trochu jinak

1. V případě, že nemáte k dispozici spektrofotometry, tak stačí využít fotoaparát.
2. Naplňte jednotlivé kyvety (s délkou optické dráhy 1 cm) připravenými roztoky z části B a do jedné kyvety nalijete čistou destilovanou vodu.
3. Na laboratorní stůl postavte kyvety vedle sebe a na stěnu za stolem připevníte modrý papír. Umístění kyvet je vhodné udělat tak, aby byly všechny přibližně stejně osvětleny a nevrhaly stín na papír v pozadí.
4. Vyfoťte kyvety pomocí fotoaparátu.
5. Nyní je potřeba fotografii zanalyzovat. Využít se dá volně stažitelný program ImageJ. Označte nějakou malou oblast v místě kapaliny v jedné z kyvet. Zjistíte průměrnou intenzitu v modré oblasti. Hodnota intenzity pro kyvetu s vodou slouží jako hodnota intenzity pro blank.
6. Sestavte graf závislosti absorpance na koncentraci železitých iontů v roztoku. Proložte body přímkou s počátkem v soustavě souřadnic. Z rovnice přímky dopočítejte koncentraci v neznámém vzorku.

Závěr

1. Shoduje se váš výsledek zrakovým měřením z části B s naměřeným výsledkem z části C či D? Zkuste se zamyslet a zdůvodněte.

2. Vyhláška stanovuje mezní limit obsahu železa v pitné vodě na 0,2 mg/l. Kolikrát váš vzorek přesahuje tuto hodnotu?

3. Zformulujte závěr z tohoto cvičení: