

MIARECZKOWANIE SPEKTROFOTOMETRYCZNE

8. Miareczkowanie spektrofotometryczne jonów Fe^{3+} roztworem EDTA

Odczynniki i aparatura:

- 0,005 M roztwór EDTA
- 2 % wodny roztwór KSCN
- 0,05 M roztwór H_2SO_4
- pipeta automatyczna

Miareczkowanie spektrofotometryczne wykonać na Spectroquant Pharo 300 przy długości fali $\lambda = 470 \text{ nm}$.

Wykonanie ćwiczenia:

1. Włączyć aparat do sieci
2. Poczekać na nagrzanie się lampy (wskaźnik po prawej stronie daty cały czarny)
3. Otrzymany do analizy badany roztwór Fe^{3+} w kolbie miarowej o poj. 50 cm^3 uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Z tak przygotowanego roztworu pobrać $3,3 \text{ cm}^3$ próby i przenieść do kuwety pomiarowej. Do kuwety dodać $1,7 \text{ cm}^3$ roztworu H_2SO_4
4. Po nagraniu lampy nacisnąć „START/ENTER”, by rozpocząć sprawdzanie
5. Z menu głównego wybrać „Absorbncja/%Transmitancja”
6. Wcisnąć F2, by nastawić żadaną długość fali (długość fali wybrać na klawiaturze i zatwierdzić przyciskiem „START/ENTER”)
7. Umieścić kuwetę w Pharo 300 i nacisnąć „BLANK ZERO”
8. Wyjąć kuwetę i dodać do niej kilka kropli roztworu KSCN (tak, aby absorbancja była ok. 0,6)
9. Umieścić kuwetę na mieszadle magnetycznym i wymieszać zawartość
10. Włożyć kuwetę do Pharo 300 i nacisnąć „START/ENTER”, by rozpocząć pomiar absorbancji
11. Wyjąć kuwetę, umieścić kuwetę na mieszadle magnetycznym i miareczkować **0,005 M** roztworem **EDTA**, dodając $0,1 \text{ cm}^3$ porcje odczynnika. Po każdym dodatku EDTA i wymieszaniu roztworu zmierzyć absorbancję
12. Miareczkowanie prowadzić tak długo, aż pięć kolejnych odczytów będzie zbliżonych
13. Oznaczenie wykonać **trzykrotnie** dla równych (5 cm^3) próbek pobranych z roztworu badanego

Opracowanie wyników:

- 1) Wykreślić dla każdego oznaczenia krzywą miareczkowania przedstawiającą zależność $A = f(V)$
- 2) Wyznaczyć na krzywej punkt końcowy i obliczyć zawartość Fe^{3+} w otrzymanym roztworze (w μg) oraz **stężenie molowe**
- 3) Obliczyć błąd procentowy oznaczenia ($\Delta x \%$)