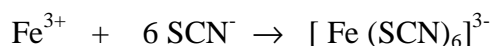


Návody na laboratorní cvičení z analytické chemie

Název úlohy:	Spektrofotometrie
Úkol:	Stanovte spektrofotometriky koncentraci Fe^{3+} metodou kalibrační křivky.

Princip:

K tomuto stanovení se využívá vzniku červeného zbarvení při reakci Fe^{3+} iontů s thiokyanatanovými ionty v kyselém prostředí. Ve vodném roztoku není zbarvení zcela stálé, je ovlivňováno koncentrací SCN^- , koncentrací H_3O^+ , dobou stání, atd. Přísadou oxidačních činidel se stabilita zbarvení zvyšuje, neboť pak nedochází k redukci železitých iontů ionty SCN^- .



Postup práce:

Připravte si 50 ml 2 % hm.roztoku $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ a 100 ml 20 % hm. roztoku NH_4SCN . Ze standardního roztoku Fe^{3+} , který obsahuje 0,025 mg Fe^{3+} v 1 ml, připravte kalibrační roztoky v rozsahu koncentrací 0,001 až 0,005 mg Fe^{3+} /ml do 50 ml odměrných baněk. Do každé baňky odpipetujte vypočítaný objem standardu Fe^{3+} , přidejte 10 ml zředěné HNO_3 , 2 ml roztoku $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ a 6 ml roztoku NH_4SCN ; doplňte po rysku a promíchejte. Stejným způsobem připravte slepý pokus. S roztokem ležícím ve středu kalibrační křivky proměřte absorpční křivku od 400 do 600 nm (měřte po 10 nm). Všechna měření provádějte proti slepému pokusu. Do grafu vyneste získané hodnoty A proti vlnové délce λ a určete λ_{max} . Při hodnotě λ_{max} změřte absorbanci jednotlivých kalibračních roztoků a sestrojte kalibrační křivku - závislost A na koncentracích vyjádřených v mg/ml. Vzorek ve 100 ml baňce doplňte po rysku a promíchejte. K analýze pipetujte 10 ml do 50 ml baňky. Vzorek upravte stejně jako kalibrační roztoky a změřte hodnotu absorbance. Výsledek udejte v mg Fe^{3+} na ml.

Návody na laboratorní cvičení z analytické chemie

Název úlohy:	Spektrofotometrie
Úkol:	Stanovení molární koncentrace Co^{2+} . a) metodou kalibrační křivky b) metodou standardního přídatku

Postup práce:

a)

Ze zásobního roztoku síranu kobaltnatého o koncentraci $c=0.5$ mol/l připravte kalibrační křivku v koncentračním rozmezí 0 až 0.25 mol/l. Se zvoleným standardním roztokem změřte

absorbční spektrum v rozmezí $\lambda=420-600$ nm a se zvolenou vlnovou délkou λ_{\max} změřte absorbance kalibračních roztoků a následně vzorků.

b)

Změřte absorbanci vzorku A_x . K 25 ml vzorku (objem V_x), v kádince přidejte zvolené množství standardního přídatku (objem V_s). Koncentraci a objem přídatku volte tak, aby absorbance roztoku s přídatkem A byla dostatečně zvýšená, ale měřitelná.

Koncentraci vzorku c_x vypočtete ze vztahu:

$$c_x = \frac{A_x \cdot c_s \cdot V_s}{A(V_x + V_s) - A_x \cdot V_x}$$

Výsledky získané oběma metodami porovnejte.