

Fotometrické stanovení Al^{3+} , Cr(VI) a Fe^{3+}

Cílem práce je stanovit množství jednotlivých látek v neznámých vzorcích fotometrickou metodou.

Upozornění!!! Pracujete s jedy! Je třeba mít vhodné pracovní pomůcky při práci (odpovídající obuv, oblečení, rukavice, příp. brýle). Sloučeniny chromu(VI) a thiokyanatan se nesmí dostat do kanalizace, jsou nebezpečné pro životní prostředí, dráždivé při vdechnutí i při styku s kůží, dichroman způsobuje vředy, má mimořádně ničivé účinky na tkáň sliznic a horních cest dýchacích, oči, kůži, je karcinogenní, mutagenní, teratogenní.

Protokol: jméno, datum, název lab. práce, cíl práce, vzorky, ředění, naměřené hodnoty, kalibrační křivky, výpočet obsahu kovu ve vzorku (mg.l^{-1}), závěr

Stanovení hliníku s aluminonem

Aluminon dává při pH cca 4 s ionty Al^{3+} červený lak. Důležitá je kromě pH také reakční doba a temperování roztoků. Použití pro koncentrace 0,005 – 1 mg.l^{-1}

- 1) Připravte pracovní roztok o koncentraci 1,0 mg.l^{-1} Al^{3+} ze zásobního roztoku (pH upravte na hodnotu cca 4 - 5 a až potom doplňte po rysku)
- 2) Připravte si kalibrační řadu, 5 bodů pro uvedené rozmezí.
- 3) Do 100 ml odměrné baňky k 50 ml vzorku přidejte 1 kapku indikátoru p-nitrofenolu, pH upravte zředěnou HCl na hodnotu cca 4 (odbarvení indikátoru). Promíchejte a přidejte 10 ml roztoku aluminonu (zkontrolujte, jestli je pH aluminonu v rozmezí 3,8-4,0 a případně upravte pomocí roztoku NH_3 nebo kyseliny octové). Promíchejte a zahřívajte 15 minut na vroucí vodní lázni/v sušárně. Zchladte na laboratorní teplotu, doplňte demineralizovanou vodou po rysku a změřte absorbanci (525 nm, 1 cm skleněná kyveta). Odečítá se absorbance slepého stanovení připraveného stejným způsobem s destilovanou vodou. Je důležité změřit absorbanci do 25 minut od přidání aluminonu!!
- 4) Hmotnostní koncentrace Al (mg.l^{-1}) se určí z kalibrační křivky. Neznámý vzorek stanovte 2x.

Stanovení chromu (VI) s difenylkarbazidem

Chromany a dichromany dávají v kyselém prostředí s difenylkarbazidem červenofialové sloučeniny. Platí pro koncentrace nad 0,01 mg.l^{-1} .

- 1) Připravte pracovní roztok dichromanu draselného o koncentraci 2 mg.l^{-1} ze zásobního roztoku.
- 2) Připravte kalibrační řadu, 5 bodů pro rozmezí do 1 mg.l^{-1} .
- 3) Do 100 ml odměrné baňky se k 50 ml vzorku přidá 1 ml H_2SO_4 (1:1) a 0,3 ml H_3PO_4 . Směs se doplní demineralizovanou vodou na cca 95 ml, promíchá se, přidá se 1 ml 1% roztoku difenylkarbazidu, promíchá se, doplní po rysku a nechá 10 minut reagovat. Měří se absorbance při 540 nm v 5 cm skleněné kyvetě. Odečítá se absorbance slepého stanovení připraveného stejným způsobem s destilovanou vodou.
- 4) Hmotnostní koncentrace Cr (mg.l^{-1}) se určí z kalibrační křivky. Stanovení neznámého vzorku provedte 2x.

Stanovení Fe^{3+} s thiokyanatanem

Trojmocné železo reaguje v kyselém prostředí s thiokyanatanem za vzniku červeného zbarvení. Stanovení platí pro vzorky o koncentraci $0,05 - 4 \text{ mg.l}^{-1}$.

- 1) Připravte pracovní roztok o koncentraci $5 \text{ mg.l}^{-1} \text{ Fe}^{3+}$ ze zásobního roztoku.
- 2) Připravte si kalibrační řadu, 5 bodů pro uvedené rozmezí.
- 3) Do 100 ml kádinky/baňky k 50 ml vzorku (odměřte pipetou) přidejte 2,5 ml HCl (1:1) a zamíchejte. Potom přidejte 5 ml 20% roztoku KSCN a po promíchání se za 10 minut změřte absorbance (500 nm, 5 cm skleněná kyveta). Odečítá se absorbance slepého stanovení připraveného stejným způsobem s destilovanou vodou.
- 4) Hmotnostní koncentrace Fe (mg.l^{-1}) se určí z kalibrační křivky. Stanovení neznámého vzorku proveďte 2x.

Práce na spektrofotometru CECIL CE 2041

- 1) Zapněte přístroj (vypínač na zadní straně) a nechte několik minut nahřát a nakalibrovat
- 2) Nastavte příslušnou vlnovou délku (tlačítko GO TO, zadejte hodnotu, potvrďte enterem E)
- 3) Kyvetu naplňte destilovanou vodou, očistěte vnější stranu kyvety buničinou, vložte do přístroje, zavřete kryt a nastavte nulovou hodnotu absorbance (tlačítko ZERO) skleněná kyveta pro viditelnou oblast (350-2000 nm), křemenná pro UV oblast
- 4) Změřte absorbanci kalibračních roztoků a neznámého vzorku. Před každým měřením kyvetu vypláchněte měřeným roztokem a očistěte vnější strany kyvety.
- 5) Sestrojte kalibrační křivku a vypočítejte koncentraci neznámého vzorku.