FOTOMETRICKÉ STANOVENÍ Cr(VI), Al^{3+}a Fe^{3+}

Cíl práce: fotometrické stanovení chromu(VI), hliníku a železa(III) ve vodném vzorku.

Protokol musí obsahovat grafy všech kalibračních křivek včetně proložení spojnicí trendu její rovnici a hodnotu spolehlivosti. Dále pak naměřené absorbance u neznámých vzorků a výpočty koncentrací jednotlivých složek v mg/l.

Fotometrické stanovení chromu(VI) s difenylkarbazidem

Principem stanovení je tvorba červenofialové sloučeniny iontů CrO_4^{2-}a $Cr_2O_7^{2-}$ v kyselém prostředí s difenylkarbazidem.

Metoda je vhodná **pro koncentrace Cr(VI) 0,01 – 1 mg/l.**

Pomůcky: Odměrné baňky (50 a 100 ml)
Spektrofotometr

Chemikálie: **H_2SO_4** – zředěná (1:1)
H_3PO_4 – koncentrovaná
difenylkarbazid – 1% roztok v ethanolu
Standartní roztok Cr 1 g/l.

Postup stanovení

Připravte do 50 ml odměrných baněk kalibrační řadu minimálně pěti bodů pro uvedené rozmezí (např. 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,0 mg/l).

Stanovení neznámého vzorku proveďte minimálně 2x

Do 100 ml odměrné baňky převeďte 50 ml vzorku/standardu přidejte 1 ml H_2SO_4 (1:1) a 0,3 ml H_3PO_4. Promíchejte a doplňte na cca 95 ml. Promíchejte a přidejte 1 ml roztoku difenylkarbazidu, doplňte po rysku a promíchejte a nechte 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.

Fotometrické stanovení hliníku aluminonem

Princip je tvorba červeného laku v roztoku aluminonu v přítomnosti hlinitých solí v při pH cca 4. Důležitým parametrem reakce je správná teplota.

Metoda je vhodná **pro koncentrace Al^{3+} 0,005 – 1 mg/l.**

Pomůcky: Vodní lázeň/sušárna

Odměrné baňky (50 a 100 ml)

Spektrofotometr

Chemikálie: **p-nitrofenol** – 1% roztok ve demineralizované vodě

HCl – zředěná (cca 1 mol/l)

NH_3 – vodný roztok (20 ml + 80 ml vody)

Aluminon – 133 g octanu amonného rozpustíme ve 100 ml demi vody; zředíme 126 ml konc. HCl ve 100 ml demi vody; 0,9 g alunimonu rozpustíme ve 100 ml demi vody; 10 g arabské gumy rozpustíme ve 100 ml demi vody. Všechny připravené roztoky smísíme a doplníme na 1 litr. Po 24 h stání roztok přefiltrujeme přes skelnou vatu a upravíme pH na 3,8-4,0 (roztokem NH_3 nebo kyselinou octovou). Roztok je stálý cca 6 měsíců.

Standartní roztok Al 1 g/l.

Postup stanovení

Připravte do 50 ml odměrných baněk kalibrační řadu minimálně pěti bodů pro uvedené rozmezí (např. 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,0 mg/l).

Stanovení neznámého vzorku proveďte minimálně 2x

Do 100 ml odměrné baňky převeďte 50 ml vzorku/standardu přidejte 1 kapku indikátoru p-nitrofenolu, pH upravte zředěnou HCl na hodnotu cca 4 (odbarvení indikátoru). Promíchejte a přidejte 10 ml roztoku aluminonu (před použitím zkontrolujte, jestli je pH aluminonu v rozmezí 3,8-4,0 a případně upravte pomocí roztoku NH_3 nebo kyseliny octové). Promíchejte a zahřívejte 15 minut na vroucí vodní lázni/v sušárně.

Zchlaďte na laboratorní teplotu, doplňte demineralizovanou vodou po rysku a změřte absorbanci při 525 nm v 1 cm skleněné kyvetě. Odečítá se absorbance slepého stanovení připraveného stejným způsobem s destilovanou vodou.

Absorbanci je nutné změřit do 25 minut od přidání aluminonu

Fotometrické stanovení železa(III) s thiokyanatanem

Principem stanovení je tvorba červené sloučeniny iontů Fe^{3+} v kyselém prostředí s thiokyanatanem.

Metoda je vhodná **pro koncentrace Fe(III) 0,05 – 4 mg/l.**

Pomůcky: Odměrné baňky (50 ml)
Kádinky (vysoké 150/250 ml)
Spektrofotometr

Chemikálie: **HCl** – zředěná (1:1)
KSCN – 20%hm roztok v demi vodě
Standartní roztok Fe 1 g/l.

Postup stanovení

Připravte do 50 ml odměrných baněk kalibrační řadu minimálně pěti bodů pro uvedené rozmezí (např. 0,05; 0,50; 1,0; 2,0; 3,0 a 4,0 mg/l).

Stanovení neznámého vzorku proveďte minimálně 2x

Do 100 ml baňky převeďte 50 ml vzorku/standardu přidejte 2,5 ml HCl (1:1) a zamíchejte. Přidejte 5 ml 20% roztoku KSCN a zamíchejte. Nechte 10 minut reagovat.

Měří se absorbance při 500 nm v 5 cm skleněné kyvetě. Odečítá se absorbance slepého stanovení připraveného stejným způsobem s destilovanou vodou.

Práce na spektrofotometru CECIL CE 2041

1) Zapněte přístroj (vypínač na zadní straně); přístroj provede iniciaci (cca 3-10 min)
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)
4) Změřte a zaznamenejte si absorbanci kalibračních roztoků a neznámého vzorku. Před každým měřením kyvetu vypláchněte měřeným roztokem a očistěte vnější strany kyvety.