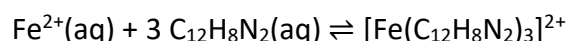


TYÖ 3 Raudan määrittäminen absorptiometrisesti (spektrofotometria)

Välineet: mittapullo 250 cm³ ja 100 cm³ 10 kpl
Finnpipetti, 2 kpl (0,5 – 5 cm³ ja 0,1 – 1 cm³)
dekanterilasi 250 cm³
mittalasi 100 cm³
kellolasi ja lasisauva
suppilo ja kvalitatiivinen suodatinpaperi (Whatman 595½)

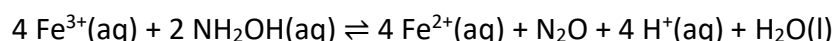
Reagenssit: 0,1 mol/dm³ vetykloridihappo HCl
1 mol/dm³ rikkihappo H₂SO₄
10 % hydroksyyliamiinihydrokloridi NH₂OH·HCl,
25 % natriumasetaatti CH₃COONa
0,5 % 1,10-fenantroliinihydrokloridi C₁₂H₈N₂·HCl
Raudan kantaliuos, 10,00 g/dm³ Fe (rauta(III)nitraattiliuos)

Työssä määritetään rautatabletin rautapitoisuus absorptiometrisesti (kolorimetrisesti). Tabletin sisältämä rauta(II)sulfaatti liuotetaan ja liuoksesta määritetään Fe²⁺-ionien määrä. Reagenssina käytetään 1,10-fenantroliinia, joka muodostaa Fe²⁺-ionin kanssa oranssinpunaisen kompleksin [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺.



Kompleksin molaarinen absorptiokerroin on noin 11 000 dm³mol⁻¹cm⁻¹ aallonpituudella 510 nm. Kompleksin väri on stabiili, kun liuoksen pH on 2 – 9. Tavallinen määrittämisalue on 0,4 – 8 ppm. Määrittämisjärjestyksen vaikuttavat reagenssien lisäysjärjestys, aika, lämpötila ja häiritsevät ionit. Häiritseviä ioneja ovat hopea, vismutti, kupari, nikkeli, koboltti, perklooraatti, syanidi, molybdaatti ja volframaatti.

Ennen määrittäystä rauta on pelkistettävä kahdenarvoiseksi. Tämä suoritetaan tavallisesti hydroksyyliamiinilla NH₂OH.



Standardiliuosten valmistus:

Raudan kantaliuoksesta (10 000 mg/dm³) valmistetaan 100,00 cm³:n mittapulloon rautaliuos, jonka pitoisuus on 100 mg/dm³ (ppm). Tästä liuoksesta valmistetaan 100,00 cm³:n mittapulloihiin sarja, joka sisältää 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ja 5,0 ppm rautaa. Jokaiseen mittapulloon lisätään 10 cm³

1 M rikkihappoa ja 10 cm^3 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ -liuosta kolmenarvoisen raudan pelkistämiseksi. Mittapulloihin lisätään 12 cm^3 natriumasetaattiliuosta ja 10 cm^3 1,10-fenantroliiniliuosta, jonka jälkeen mittapullot täytetään merkkiin puhtaalla vedellä ja sekoitetaan huolellisesti. Reagenssinolla valmistetaan samalla tavalla ilman rautalisäystä.

Näytteen valmistus:

Rautatabletti punnitaan analyysivaa'alla. Tabletti liuotetaan 100 cm^3 :iin 0,1 M vetykloridihappoa ja seosta lämmitetään vetokaapissa 15 minuuttia välillä sekoittaen. Liukenematon jäännös erotetaan suodattamalla liuos $250,00\text{ cm}^3$:n mittapulloon. Liuotuksessa käytettyjä välineitä ja suodatinpaperia huuhdellaan useampaan kertaan pienellä määrällä puhdasta vettä, jotta varmistetaan näyteliuoksen kvantitatiivinen siirto mittapulloon. Liuoksen annetaan jäähtyä huoneenlämpötilaan, minkä jälkeen mittapullo täytetään merkkiin puhtaalla vedellä ja liuos sekoitetaan huolellisesti. Liuoksesta tehdään kolme rinnakkaista näytettä seuraavasti: liuoksesta pipetoidaan $1,0\text{ cm}^3$:ä $100,00\text{ cm}^3$:n mittapulloon, johon lisätään 4 cm^3 rikkihappoa, 10 cm^3 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ -liuosta, 5 cm^3 natriumasetaattiliuosta ja 10 cm^3 1,10-fenantroliiniliuosta. Lopuksi mittapullo täytetään merkkiin puhtaalla vedellä ja liuos sekoitetaan huolellisesti.

Mittaukset ja tuloksen laskeminen:

Standardi- ja näyteliuosten absorbanssit mitataan noin 10 minuutin seisomisen jälkeen aallonpituudella 510 nm . Mittauksissa referenssikyvettissä on puhdasta vettä. Aluksi absorbanssilukema nollataan, kun näytekyvetissä on reagenssinollaliuosta. Standardiliuosten mittaustuloksista piirretään standardisuora $A = f(c)$ ja lasketaan standardisuoran yhtälö.

Näyteliuosten Fe^{2+} -pitoisuudet (mg/dm^3) lasketaan standardisuoran yhtälöstä. Rinnakkaisten näyteliuosten tuloksista lasketaan tabletin sisältämän raudan massa (mg) ja tabletin rautapitoisuus yksikössä mg/g . Rinnakkaisista tuloksista lasketaan keskiarvo ja määritetään kalibroitivirhe 95 %:n luotettavuudella.

Jätteiden käsittely:

Kyvetit ja pipetin kärjet huuhdellaan vedellä, jonka jälkeen ne laitetaan sekajätteeseen. Liuokset kerätään työn liuosjäteastiaan.

Kirjallisuutta:

1. Toivonen, J. ja Yliruokanen, I., *Analyttisen kemian harjoitustyöt: Kvantitatiivinen analyysi*, 12. korjattu painos, Otatieto Oy, Helsinki 2006, ss. 112 - 116.
2. Harris, D.C., *Quantitative Chemical Analysis*, 5. painos, W.H Freeman and Company, New York, 2000, ss. 863 -864.
3. Marczenko, Z., *Separation and Spectrophotometric Determination of Elements*, 2. painos, Ellis Horwood Limited, Chichester 1986, ss.330 – 333.
4. Jeffery, G.H., Bassett, J., Mendham, J. ja Denney, R.C., *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*, 5. painos, Longman Scientific & Technical, 1989, ss. 690 – 692.