

1. PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW KOMPLEKSUJĄCYCH

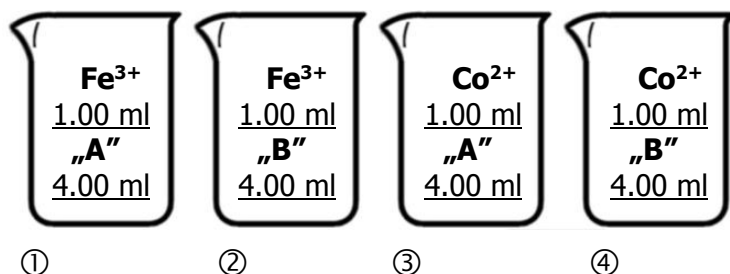
- 1.1. przygotowanie 20 g 20% roztworu KSCN w wodzie destylowanej
 - 1.1.1. odważenie 4 g stałego KSCN w stożkowej kolbie ze szlifem
 - 1.1.2. odważenie 16 g wody destylowanej do kolby z odważonym KSCN (roztwór „A”)
- 1.2. przygotowanie wodno-acetonowego (1:1, w:w) 20% roztworu KSCN
 - 1.2.1. odważenie 30g stałego KSCN do stożkowej kolby ze szlifem
 - 1.2.2. odmierzenie cylindrem miarowym 60 mL wody destylowanej do kolby z odważonym KSCN
 - 1.2.3. odmierzenie cylindrem miarowym 76 mL acetonu do kolby z wodnym roztworem KSCN (roztwór „B”)

UWAGI:

- Konieczne jest umycie szkła wodnym roztworem detergentu oraz DOKŁADNE wypłukanie wodą kranową i destylowaną przed przystąpieniem do wykonania ćwiczenia.
- Roztwory powinny po przygotowaniu być przechowywane w zamkniętych naczyniach – aceton charakteryzuje się wysoką prężnością par w temperaturze pokojowej i wraz z postępem ćwiczenia stosunek acetonu do wody może ulec zmianie.

2. PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW DO BADAŃ JAKOŚCIOWYCH

- 2.1. Do zlewek ①-② wprowadzić po 1.00 mL wzorca Fe^{3+}
- 2.2. Do zlewek ③-④ wprowadzić po 1.00 mL wzorca Co^{2+}
- 2.3. Do zlewki ① oraz ③ dodać 4.00 mL roztworu „A”
- 2.4. Do zlewki ② oraz ④ dodać 4.00 mL roztworu „B”



UWAGI:

- Nie należy pobierać roztworów wzorcowych Fe^{3+} oraz Co^{2+} bezpośrednio z kolb miarowych. Należy niewielkie ilości roztworu (ok. 10 mL) przelać do uprzednio opłukanych i wysuszonych i podpisanych zlewek.
- Wszystkie używane zlewki (o 25.00 mL) powinny być opłukane wodą destylowaną i wysuszone.
- Objętość 1.00 mL (i mniejsze) powinna być odmierzona za pomocą automatycznej pipety wielomiarowej na 1.00 mL (1000 μL)
- W celu uniknięcia kontaminacji roztworów wzorcowych należy używać oddzielnych końcówek do pipet dla każdego roztworu.
- Objętość 4.00 mL powinna zostać odmierzona za pomocą automatycznej pipety wielomiarowej na 5.00 mL
- Po przygotowaniu roztworów w zlewkach (wymieszać zawartość !!!) należy przenieść je do kuwet pomiarowych – po sztuce na roztwór. Kuwety powinny być wypełnione w co najmniej 95%.
- Pomiar spektrofotometryczny wymaga zarejestrowania w pamięci urządzenia tzw. wartości „blank” – roztworu którego absorancja wynosi „0” w całym zakresie rejestrowanego widma. Tą czynność w pomiarach jakościowych przeprowadza się z użyciem kuwety wypełnionej wodą destylowaną.
- Przed pomiarem spektrofotometrycznym grupa powinna posiadać 4 kuwety z roztworami + 1 kuwetę z wodą destylowaną.
- Po zarejestrowaniu 4 widm, w zlewkach ② i ④ należy rozpuścić niewielkie ilości kwasu askorbinowego (Asystent!!!) i zarejestrować dodatkowe dwa widma dla nowo otrzymanych roztworów.
- Po zarejestrowaniu 6 widm należy zawartość ekranu wydrukować i przedstawić asystentowi prowadzącemu ćwiczenie.
- Zapisać wyniki w miejscu wskazanym przez asystenta.

3. PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW DO BADAŃ IŁOŚCIOWYCH

3.1. Roztwory do ilościowych oznaczeń jonów Fe^{3+}

- 3.1.1. Do zlewki ① wprowadzić 0,20 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,80 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.2. Do zlewki ② wprowadzić 0,30 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,70 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.3. Do zlewki ③ wprowadzić 0,40 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,60 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.4. Do zlewki ④ wprowadzić 0,50 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,50 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.5. Do zlewki ⑤ wprowadzić 0,60 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,40 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.6. Do zlewki ⑥ wprowadzić 0,70 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,30 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.7. Do zlewki ⑦ wprowadzić 0,80 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,20 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.8. Do zlewki ⑧ wprowadzić 0,90 mL wzorca Fe^{3+} oraz 0,10 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.9. Do zlewki ⑨ wprowadzić 1,00 mL wzorca Fe^{3+}
- 3.1.10. Do zlewki ⑩ wprowadzić 1,00 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.1.11. Do zlewek ①–⑩ dodać po 4,00 mL roztworu „B”
- 3.1.12. Do zlewki ⑩ dodać 4,00 mL roztworu „B”

①	②	③	④	⑤
Fe^{3+} 0,20 mL HNO_3 0,80 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,30 mL HNO_3 0,70 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,40 mL HNO_3 0,60 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,50 mL HNO_3 0,50 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,60 mL HNO_3 0,40 mL „B” 4 mL
⑥	⑦	⑧	⑨	⑩
Fe^{3+} 0,70 mL HNO_3 0,30 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,80 mL HNO_3 0,20 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 0,90 mL HNO_3 0,10 mL „B” 4 mL	Fe^{3+} 1,00 mL „B” 4 mL	HNO_3 1,00 mL „B” 4 mL

UWAGI:

- Pomiar spektrofotometryczny przeprowadza się analogicznie jak w części dotyczącej badań jakościowych. Jako wzorec „braku absorpcji” („blank”) w tym przypadku powinien zostać użyty roztwór „ślepej próby” – roztwór ⑩

3.2. Roztwory do ilościowych oznaczeń jonów Co^{2+}

- 3.2.1. Do zlewki ① wprowadzić 0,20 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,80 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.2. Do zlewki ② wprowadzić 0,30 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,70 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.3. Do zlewki ③ wprowadzić 0,40 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,60 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.4. Do zlewki ④ wprowadzić 0,50 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,50 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.5. Do zlewki ⑤ wprowadzić 0,60 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,40 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.6. Do zlewki ⑥ wprowadzić 0,70 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,30 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.7. Do zlewki ⑦ wprowadzić 0,80 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,20 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.8. Do zlewki ⑧ wprowadzić 0,90 mL wzorca Co^{2+} oraz 0,10 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.9. Do zlewki ⑨ wprowadzić 1,00 mL wzorca Co^{2+}
- 3.2.10. Do zlewki ⑩ wprowadzić 1,00 mL 0,1 mol/L HNO_3
- 3.2.11. Do zlewek ①-⑨ dodać po 4,00 mL roztworu „B”
- 3.2.12. Do zlewki ⑩ dodać 4,00 mL roztworu „B”
- 3.2.13. W zlewkach ①-⑩ rozpuścić niewielkie ilości kwasu askorbinowego

Co²⁺ 0,20 mL HNO₃ 0,80 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,30 mL HNO₃ 0,70 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,40 mL HNO₃ 0,60 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,50 mL HNO₃ 0,50 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,60 mL HNO₃ 0,40 mL „B” 4 mL
① + AA	② + AA	③ + AA	④ + AA	⑤ + AA
Co²⁺ 0,70 mL HNO₃ 0,30 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,80 mL HNO₃ 0,20 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 0,90 mL HNO₃ 0,10 mL „B” 4 mL	Co²⁺ 1,00 mL „B” 4 mL	HNO₃ 1,00 mL „B” 4 mL
⑥ + AA	⑦ + AA	⑧ + AA	⑨ + AA	⑩ + AA

UWAGI:

- Pomiar spektrofotometryczny przeprowadza się analogicznie jak w części dotyczącej badań jakościowych. Jako wzorec „braku absorpcji” („blank”) w tym przypadku powinien zostać użyty roztwór „ślepej próby” – roztwór ⑩

3.3. Roztwory do ilościowych oznaczeń próbek stopów

3.3.1.1. Do zlewki ①-1 wprowadzić 1.00 mL próbki 1 (P1)

3.3.1.2. Do zlewki ①-2 wprowadzić 1.00 mL próbki 1 (P1)

3.3.1.3. Do zlewki ①-3 wprowadzić 1.00 mL próbki 1 (P1)

3.3.2.1. Do zlewki ②-1 wprowadzić 1.00 mL próbki 2 (P2)

3.3.2.2. Do zlewki ②-2 wprowadzić 1.00 mL próbki 2 (P2)

3.3.2.3. Do zlewki ②-3 wprowadzić 1.00 mL próbki 2 (P2)

3.3.3.1. Do zlewki ③-1 wprowadzić 1.00 mL próbki 3 (P3)

3.3.3.2. Do zlewki ③-2 wprowadzić 1.00 mL próbki 3 (P3)

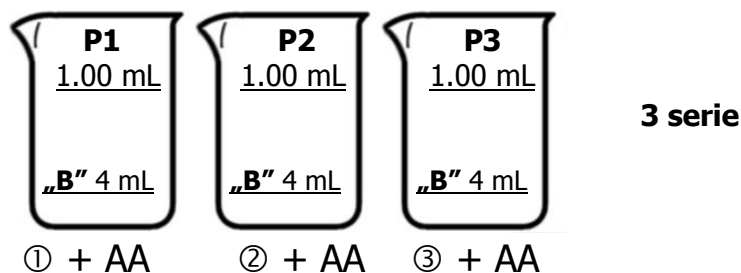
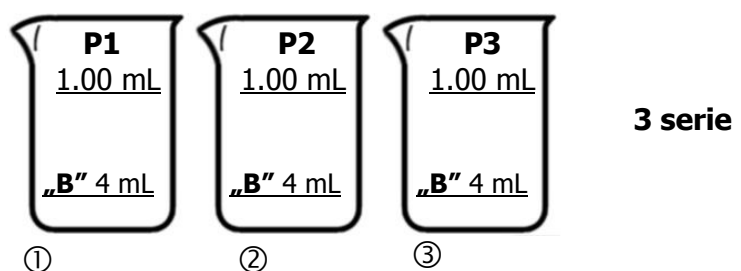
3.3.3.3. Do zlewki ③-3 wprowadzić 1.00 mL próbki 3 (P3)

3.3.4. Do zlewek ①-1-③-3 dodać po 4.00 mL roztworu „B”

3.3.5. Przygotowanymi roztworami napęlnić przygotowane kuwety.

3.3.6. W zlewkach ①-1-③-3 rozpuścić niewielkie ilości kwasu askorbinowego.

3.3.7. Przygotowanymi roztworami napęlnić kolejne, przygotowane kuwety.



UWAGI:

- Po wykonaniu ćwiczenia, zebrane dane zostaną przesłane mailem przez asystenta.

INSTRUKCJA WYKONANIA OPISU

- Wykonać wykresy zależności absorbancji względem długości fali dla roztworów przygotowanych w jakościowej części ćwiczenia. Na podstawie tych zależności omówić celowość stosowania rozpuszczalników organicznych, użycie substancji maskujących oraz zastosowanie w obliczeniach prawa addytywności absorbancji.
- Wyznaczyć wartości ε (**MOLOWE** współczynniki absorpcji) dla Fe^{3+} i Co^{2+} w metodzie rodankowej, wiedząc, że stężenia wzorców wynoszą odpowiednio $[\text{Fe}]=10 \text{ mg/L}$, $[\text{Co}]=50 \text{ mg/L}$ a długość drogi optycznej wynosi 10 mm.
- Dla wybranych do oznaczeń ilościowych serii pomiarowych ustalić optymalną długość fali dla oznaczeń Co^{2+} i Fe^{3+} , wykreślić krzywe wzorcowe (2 oddzielne wykresy zawierające po 9 punktów kalibracyjnych + 3 punkty dla próbek $\text{Fe}^{3+}/\text{Co}^{2+}$ – na wykresach mają się znaleźć średnie wartości absorbancji dla badanych próbek z odchyleniem standardowym zmierzonej absorbancji).
Na wykresach muszą znaleźć się: równanie prostej przechodzącej przez punkty eksperymentalne dla wzorców (wyznaczoną metodą najmniejszych kwadratów), współczynnik korelacji R^2 dla krzywej.
- W oparciu o wybraną serię pomiarów wyznaczyć stężenie Fe^{3+} i Co^{2+} w analizowanych roztworach na podstawie krzywych wzorcowych.
Wiedząc, że badane próbki uzyskano rozpuszczając próbki stopów Co/Fe w 200 mL kwasu azotowego (V), oblicz ich masę i skład procentowy.

Jeżeli opis nie będzie zawierał wszystkich wymienionych punktów, nalicza się punkty ujemne za każdy stwierdzony brak.

UWAGI:

W ramach oceny „za opis” będzie brana pod uwagę:

- dokładność oznaczenia - jeden punkt (z dwóch) za uzyskanie wyniku z dokładnością lepszą/równą 5% (w przypadku uzyskania większej rozbieżności przewiduje się możliwość uzyskania 0.5 punktu za prawidłowe wyjaśnienie przyczyn błędu)
- staranność wykonania ćwiczenia – jeden punkt (z dwóch) za uzyskanie krzywych kalibracji o współczynniku korelacji R^2 lepszym niż 0.98 (po pół punktu za oznaczenie kobaltu(II) i żelaza(III))
- Obliczenia stężeń proszę wykonywać w jednostkach mg/L (ppm).
- Takie też proszę przygotowywać rysunki.
- W przeciwnym wypadku można zapomnieć o zaliczeniu opisu na +2.