Latvijas Universitātes

Ķīmijas fakultātes

Maģistrantūras 1. kursa studente

FOTOMETRISKA DZELZS (III) NOTEIKŠANA AR SULFOSALICILSKĀBI DAŽĀDĀS SULĀS

**Analizējamais paraugs**:

Mizots ābola paraugs (iesvara masa 10 g)

**Teorētiskais pamatojums:**

Dzelzs (III) joni ar sulfosalicilskābi veidu vairākus kompleksos savienojumus, kuru sastāvs un nokrāsa atkarīga no šķīduma pH vērtības. Skābā vidē ar pH=3 veidojas violetas krāsas savienojums ar absorbcijas maksimumu pie 510 nm, pie pH= 4-9 veidojas sarkanas krāsas savienojums, bet bāziskā vidē ar pH=9-11,5 veidojas dzeltens kompleksais savienojums, kura inrtensitāti mēra pie viļņa garuma 416 nm. Pie pH 12 kompless sabrūk, izdalot dzelzs hidroksīdu.

Dzelzs (II) neveido krāsainus savienojumus ar sulfosalicilskābi, tomēr amonjaka vidē viegli oksidējas par dzelzs (III), tapēc tādos apstākļos iespējams noteikt dzelzs kopējo saturu paraugā [1].

Rezultātā veidojas dzelzs trisulfosalicilāta komplekss, kas ir samērā stabils un ļauj veikt noteikšanu acetātu, borātu, fosfātu un florītu klātbūtnē. Noteikšanu veic, izmantojot graduēšanas grafika metodi [2].

Kompleksveidošanās reakciju varētu attēlot sekojoši:

[3]

**Alternatīvās metodes:**

Fotometriska dzelzs noteikšana

Dzelzs savienojumi ūdenī sastopami ar divās oksidēšanās pakāpēm Fe(II) un Fe (III) un dažādās formās – izšķīdušā, koloidālā. Izšķīdušais dzelzs var atrasties jonu formā, hidroksokompleksu ([Fe(OH)2 ]+ ; [Fe 2(OH)2 ]4+ ; [Fe2 (OH) 3]+ ; [Fe 3(OH)3 ]3+ ; [Fe(OH)3 ]) veidā un kā organisko vielu un minerālu kompleksie savienojumi.

Noteikšana ir balstīta uz Fe3+ reducēšanos līdz Fe2+  joniem un iedarbību ar 1,10 –fenantrolīnu skābā vidē (pH aptuveni 3), veidojoties kompleksajam savienojumam ar oranži- sarkanu nokrāsu un absorbcijas maksimumu pie viļņa garuma 510 nm [4].

1,10 – fenantrolīns ir organiska bāze . Tas iedarbojas ar Fe2+ joniem veidojot helāta katjonu.

Fe3+ reducēšanai visbiežāk izmanto hidroksilamīnu, kas reducē Fe3+ dažu minūšu laikā vai arī var lietot askorbīnskābi, kas labāk reaģē īpaši skābos šķīdumos (pH 0 – 1)[5].

1,10 – fenantrolīns veido krāsainus kompleksus arī ar dzīvsudraba, osmija un vara joniem. Lai novērstu nevēlamo metālu jonu ietekmi, palielina reaģenta koncentrāciju vai pievieno atbilstošu maskējošo aģentu: EDTA, citrātu, tartrātu, tioglikolskābi u.c.

Fe2+ reakciju ar 1,10 – fenantrolīnu vispārīgā veidā varētu uzrakstīt sekojoši [5]:

Noteikšanu traucē arī stipri oksidētāji, cianīdi, nitrīti, polifosfāti. To traucējošo ietekmi novērš parauga sagatavošanas procesā, paraugu karsējot ar skābi un pievienojot hidroksilamīnu. Karsēšanas laikā notiek arī dzelzs organisko un minerālo kompleksu sabrukšana. Koloidālo daļiņu traucējumus novērš paraugu filtrējot [4].

Kopējā dzelzs satura noteikšana ar hemiluminescējošo metodi

Metode ir paredzēta dzelzs jonu satura noteikšanai dzeramajam un saldūdenim koncentrāciju diapazonā no 0,03 – 1,2 mg/L. Metodes jutība ir 0,003 µg.

Metodika balstās uz reakcijas maisījuma hemioluminescences intensitāti, kura tiek mērīta ar īpašu iekārtu ЛИК, momentā, kad tiek sajauks darba reaktīvs un analizējamais paraugs. Hemioluninescnces intensitāte ir linearī atkarīga no dzelzs jonu koncentrācijas paraugā. Dzelzs jonu koncentrāciju aprēķina pēc formulas:

C = J / k ,

kur k – graduēšanas grafika nolieces leņķa tangens pretabscisu asi;

J – Analizējamā parauga signāla lielums, µA [6].

Titrimentriskā analīzes metode

Ar šo metodi var noteikt dzelzs2+ jonu koncentrāciju dažādās pH vidēs. Plaši pazīstama ir titrimetrija ar 0,001 N kālija bihromāta un kālija permanganāta šķīdumiem. Galvenais metodes trūkums ir nelielā jutība. Kvantitatīvi noteiktais dzelzs daudzums ir ne mazāks kā 500 µg. Turklāt kālija permanganāta šķīdumi ir nestabili, līdz ar to tos nepieciešams gatavot neilgi pirms analīzes un katreiz veikt titranta standartizēšanu [7].

**Darba gaita:**

Parauga sagatavošana: Ābolu nomizoja, sagrieza plānās šķēlītēs, porcelāna bļodiņā iesvēra 10 g. Pārogļoja uz plītiņas un pēc tam mufeļkrāsnī pārpelnoja līdz baltiem pelniem. Baltos pelnus porcelāna bļodiņā šķīdināja 2 -3 mL HCl, tad šķīdumu kvantitatīvi pārnesa 50 mL mērkolbā, uzpildīja ar destilētu ūdeni līdz atzīmei un samaisīja.

Kalibrēšanas grafiks: Atšķaidot laboratorijā esoši Fe(III) satnadartšķīdumu (γ=0,1 mg/mL) 100 mL mērkolbā pagatavoja Fe(III) standartšķīdumu ar koncentrāciju γ=0,01 mg/mL.

Kalibrēšanas grafika iegūšanai četrās 50 mL mērkolbās ar mērpipeti iemērīja attiecīgi 2,0; 4,0; 6;0; 8,0 mL atšķaidītā standartšķīduma un ieskaloja ar nelielu daudzumu destilētā ūdens (aptuveni 10 mL). Pēc tam pievienoja 3,0 mL 10 % sulfosalicilskābes šķīduma un 5,0 mL amonjaka ūdens šķīduma ar c=6 mol/L un atšķaidīja ar destilētu ūdeni līdz atzīmei.

Analizējamā parauga sagatavošana:

50 mL mērkolbā iemērīja 25,0 mL iegūtā pelnu šķīduma, pievienoja tos pašus reaģentus atbilstošā secībā kā kalibrēšanas grafikam, atšķaidīja ar destilētu ūdeni līdz atzīmei.

Līdzīgi sagatavoja arī salīdzināšanas šķīdumu. Veica absorbcijas mērījumus pie viļņa garuma 416 nm pret salīdzināšanas šķīdumu.

**Izmantotie šķīdumi, to pagatavošana:**

Fe (III) standartšķīdums (γ=0,1 mg/mL=0,1g/L)

Standartšķīdumu gatavo no NH4Fe(SO4)2\*12H2O (M= 482,1920 g/mol), kuru sver uz analītiskajiem svariem

$$n\_{Fe}=\frac{m}{M}=\frac{0,1g }{55,845 g/mol}=0,001791mol=n\_{standart.v.}$$

$$m\_{standart.v.}=n∙M=0,001791mol∙482,1920\frac{g}{mol}=0,8636 g$$

10 % sulfosalicilskābe

100 g šķīduma – 10 g vielas

$$n=\frac{m\_{sulf.}}{M\_{sulf.}}=\frac{10 g}{218,19 g/mol}=0,0458 mol$$

$$m\_{sulf∙2H2O}=n∙M\_{sulf∙2H2O}=0,0458 mol ∙254,19\frac{g}{mol}=11,64 g$$

Vielu sver uz laboratorijas svariem

Sālskābes šķīdums (c = 1 mol/L)

$$V\_{HCl}=\frac{c\_{nepieciešamais}∙V\_{nepieciešamais}}{C\_{esošais}}=\frac{6,0 mol/l∙10mL}{1,0mol/l}=1,67 mL$$

**Mērījumu rezultāti:**

*1.tabula*

**Kalibrēšanas grafika dati**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Nr.p.k | V, mL | γ, mg/ml | A |
| 0 | 0,0 | 0 | 0 |
| 1 | 1,0 | 0,0002 | 0,113 |
| 2 | 2,0 | 0,0004 | 0,222 |
| 3 | 4,0 | 0,0008 | 0,445 |
| 4 | 6,0 | 0,0012 | 0,657 |
| 5 | 8,0 | 0,0016 | 0,876 |

*1.att.* **Kalibrēšanas grafiks**

*2.tabula*

**Iegūtie rezultāti**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Nr.p.k | A | γ, mg/ml | m, mg/100 g | vid. | Sn | DI |
| 1 | 0,048 | 0,0000824 | 0,082 | 0,083 | 0,0011 | 0,003 |
| 2 | 0,064 | 0,0000842 | 0,084 |
| 3 | 0,045 | 0,0000822 | 0,082 |

**Izmantotās formulas un to piemēri:**

No kalibrēšanas grafika iegūtais vienādojums: $A=546∙γ+0,003$

$$γ=\frac{A-0,003}{546}=\frac{0,048-0,003}{546}=0,0000824 mg/mL $$

$$γ\_{paraugā}=γ∙2∙V∙10=0,0000824∙2∙50∙10=0,0824 mg/ml$$

**Izvērtējums:**

Iegūts, ka vidējā dzelzs jonu koncentrācija nemizotos ābolos ir 0,083 ±0,003 mg/100g ābolu. Iezkliede rezultātos veidojas no tā, ka dzelzs ābolos neizvietojas nienmērīgi, tomēr šī izkliede ir daudz mazāka nekā fosfātu gadījumā, līdz ar to var secināt, ka dzelzs ābolos izkliedējas vienmērīgāk nekā fosfāti.

Literatūrā atrastā informācija rāda, ka vidēji āboli satur 0,12 mg/100 g svaigu augļu [8]. Redzams, ka analizētajā ābolā dzelzs koncentrācija ir nedaudz zem normas. Tas atkarīgs gan no vietas, kurā ābols izaudzis, gan no klimatiskajiem apstākļiem.

**Secinājumi:**

1. Dzelzs koncentrācija nemizotos ābolos ir 0,083 ±0,003 mg/100g ābolu.
2. Dzelz izkliede ābolos ir salīdzinoši zema, no kā var secināt, ka dzelzs vienmērīgi izkliedējas pa visu augli.
3. Analizētā ābola dzelzs masas koncentrācija ir nedaudz zem normas robežas.

**Izmantotā literatūra:**

1. Химический факультет Кемеровский государственый университет http://kit.chem.kemsu.ru/Posobiya/Analit1/paper/Praktikum/3.5.html (skatīts 30.11.2015)
2. Российская Академия Естествоздания http://www.rae.ru/monographs/195-6132 (skatīts 30.11.2015)
3. Физико химические методы исследования http://www.ismu.baikal.ru/src/downloads/a8416dee\_fiziko-himicheskie\_metody\_issledovaniya.pdf (skatīts 1.12.2015)
4. Правовой портал – Bestpravo: http://www.bestpravo.ru/rossijskoje/bs-postanovlenija/q2w.htm (skatīts 30.11.2015)
5. Данилина, Е.И. Спектрофотометрический анализ, Издательский центр ЮУрГу, Челябинск: 2011
6. Государственное санитарно-эпидемиологическое
нормирование Российской Федерации МУК 4.1.966-99, Минздрав РоссииМосква 2000
7. Патентный поиск: http://www.findpatent.ru/patent/249/2492467.html (skatīts 30.11.2015)
8. National Agricultural Library http://ndb.nal.usda.gov/ndb/foods/show/2141 (skatīts 1.12.2015)