

Vastartalom fotometriás meghatározása rodaniddal

A vas a felszíni és a felszín alatti vizek természetes alkotóeleme; koncentrációja a vízgyűjtő terület geológiai szerkezetétől és a hidrológiai körülményektől függ.

A felszíni vizek nagymennyiségű vastartalmát bányavizek, vagy ipari szennyvizek okozhatják. Ilyen jellegű szennyező hatást fejtenek ki különösen a fémfeldolgozó, a külszíni bányauzemek, továbbá a pácoló üzemek szennyvizei stb.

A víz minősége és néhány jellemző tulajdonsága - amelyek közül megemlíthetjük a pH-t, a karbonátokat, a szabad szén-dioxidot, az oldott oxigént, a kén-hidrogént és mikroorganizmusok jelenlétét - játszik szerepet abban, hogy a vízben levő vas két vagy három vegyértékű; oldott vagy oldatlan állapotban van.

Vizeknél az összes vastartalom meghatározására általában kolorimetriás módszereket használunk. A meghatározáshoz rodanidot, szulfo-szalicilsavat vagy orto-fenantrolint alkalmazhatunk. Különleges eljárást kell alkalmazni abban az esetben, ha a két és három vegyértékű, valamint az oldatlan állapotban levő vas meghatározása a cél.

A vas különböző alakjainak meghatározására a mintát előzetesen kezeljük vagy tartósítjuk. Az összes vastartalom meghatározásához a mintát tartósítani nem kell.

A meghatározások eredményeit mg/dm³-ben vagy mol/dm³-ben adjuk meg.

$$1 \text{ g/dm}^3 \text{ Fe}^{3+} = 0.0179 \text{ mol/dm}^3 \text{ Fe}^{3+}$$

1. Vastartalom kimutatása

Azt, hogy a mintánk tartalmaz-e számottevő mennyiségben vasat, a kvantitatív mérések megkezdése előtt a következőképpen ellenőrizzük:

A mintából kémcsöbe 10 ml-t mérünk be, egy csepp koncentrált salétromsavat, néhány csepp 5 %-os hidrogén-peroxidot és 0,5 ml 20 %-os kálium-rodanid oldatot adunk hozzá. Ha a vizsgált minta kb. 0,1 mg/dm³ mennyiségben tartalmaz vasat, az oldat rózsaszínűre színeződik, ennél nagyobb koncentrációnál az oldat színe vörössé válik.

Kvantitatív meghatározás. Vastartalom rodaniddal történő fotometriás meghatározásának elvi háttere a következő: A mintában levő vasat oldással és oxidálással három vegyértékűvé alakítjuk át, amely savas közegben a rodaniddal vörös elszíneződést mutat.



A szín erőssége arányos a vas koncentrációjával. Hígítás nélkül 0,05-4,0 mg/dm³ mennyiségű vas ±0,05 mg/dm³ pontossággal határozható meg.

2. Eszközök, vegyszerek

1.	Fotométer	500 nm hullámhosszon
2.	Kénsav	1 : 2 hígított
3.	Kálium-permanganát, kb. 0,1 M oldat:	3,2 g KMnO ₄ -ot desztillált vízben oldunk, majd térfogatát 1 dm ³ -re egészítjük ki.
4.	Oxálsav, kb. 0,1 M oldat:	6,3 g (COOH) ₂ -t desztillált vízben oldunk, majd térfogatát 1 dm ³ -re egészítjük ki.
5.	Sósav	1 : 1 hígított
6.	Kálium-rodanid, vagy ammonium-rodanid 20 %-os oldat	20 g kálium-rodanidot vagy ammonium-rodanidot 80 ml desztillált vízben oldunk.
7.	Vas(II)-ammonium-szulfát törzsoldat	a.) Törzsoldat I.: 0,8634 g NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ x 12H ₂ O-t - amelyet bemérés előtt exszikkátorban szobahőmérsékleten szárítunk - desztillált vízben oldunk, 2 ml koncentrált HCl-t adunk hozzá és térfogatát 1 dm ³ -re egészítjük ki. Az így elkészített oldat 1 ml-e 0,100 mg vas iont tartalmaz. b.) b) Törzsoldat II. A törzsoldat I.-ből 50,0 ml-t desztillált vízzel 1 dm ³ -re hígítunk. Minden esetben friss oldat készítendő. Az oldat 1 ml-e 0,005 mg vas iont tartalmaz.

Megjegyzés: az oldatok készítéséhez a lt. minőségű vegyszereket használjunk!

3. A meghatározás menete

A vizsgálatokat a kalibrációs görbe felvételével kezdjük. Főzőpohár sorozatba a törzsoldat II.-ből az alábbi mennyiségeket mérjük be:

0.0; 0.5; 1.0; 2.0; 5.0; 10.0; 20.0; 30.0; 40.0 ml és a térfogatokat desztillált vízzel 50 ml-re egészítjük ki.

Így a következő vaskoncentrációjú sorozatot kapjuk:

0.0; 0.05; 0.1; 0.2; 0.5; 1.0; 2.0; 3.0; 4.0 mg/l.

Az első három főzőpohárból az oldatokat három Erlenmeyer lombikba töltjük. Mindegyikhez hozzáadunk 2,5 ml hígított kénsavat, 2,5 ml 0,1 M kálium-permanganát oldatot. Ezután a lombikokkal egymás után dolgozunk: az elegyet 3-5 percig forraljuk, illetve a forralást addig folytatjuk, amíg a folyadékából kb. 5 ml elpárolog. A még forró oldatot oxálsavval elszíntelenítjük, majd óvatosan ismét kálium-permanganátot adva hozzá, színét rózsaszínűre állítjuk be. Ezután a rózsaszínű elszíneződést egy csepp oxálsav hozzáadásával megszüntetjük. Ezután 5 ml hígított sósavval alaposan összekeverjük, majd 5,0 ml rodanid oldatot adunk hozzá, elegyítjük és azonnal felvesszük az abszorpciós spektrumát. A mérés alatt a következő lombikot forralhatjuk. A mérést megismételjük a következő, majd azt

követő három főzőpohárban lévő kalibrációs oldatokkal.

A spektrumok felvétele után leolvassuk a maximumhoz tartozó extinkció értékeket. Az extinkció értékéből levonjuk a vakpróba extinkcióját. A vakpróba elkészítése mindenben megegyezik a fent leírt eljárással, csak a vízminta helyett desztillált vizet használunk.

A mérések alapján Excel program segítségével ábrázoljuk az extinkció-koncentráció, ill. koncentráció-extinkció függvényeket. Utóbbi esetben a mérési pontokra egyenest illesztünk, és a későbbiek során ezzel számítjuk ki az ismeretlen oldatok koncentrációit.

A következőkben a fentiek szerint megmérjük a három ismeretlen vízminta extinkcióját és kiszámítjuk a koncentrációkat.

Amennyiben a vízminta színe a kálium-permanganáttal, majd oxálsavval történő kezelés (savanyítás) után zavaros, akkor lehűlés után átszűrjük, majd a szűrletet 50 ml-re egészítjük ki. Ezután 5 ml hígított sósavval alaposan összekeverjük, majd 5,0 ml rodanid oldatot adunk hozzá, elegyítjük és azonnal megmérjük az extinkcióját.

Az eredmények kerekítése

Intervallum mg/dm ³	0.05-1.0	1.0-2.0	2.0-5.0	5.0-10.0
Kerekítés mg-ban	0.05	0.1	0.2	0.5

Az eredményeket táblázatba foglaljuk

4. Zavaró hatások kiküszöbölése

A kiadott három - ismeretlen összetételű – vízminta esetlegesen nagymennyiségű szerves anyagot és nehezen oldódó vaskomplexeket tartalmazhat, amelyek hatását a minta roncsolásával küszöbölünk ki.

A roncsolást a következőképpen végezzük:

A mintából 50 ml vizsgálandó vizet 1 ml koncentrált kénsavval és 1 ml koncentrált salétromsavval addig párolunk, amíg a kén-trioxid füstje megjelenik.

A füst megjelenése után a mintát desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk, hozzáadunk 2,5 ml 0,1 M kálium-permanganát oldatot és a fent leírt módon megismételjük a meghatározást.

A meghatározást számos fém is zavarhatja, amelyek közül megemlíthetjük a rezer, a bizmutot és a kobaltot. Természetes vizeinkben ezek a fémek általában nem fordulnak elő. Ezek esetleges zavaró hatását ezen gyakorlat keretében nem vizsgáljuk.

5. Abszorpció spektrumok felvétele

Az abszorpció spektrumok felvételéhez használjuk a fotométer műszerleírását. A spektrumokat 28000cm⁻¹-től 14000cm⁻¹-ig vegyük fel, 1cm-es küvettákat használjunk. A felvétel során a kalibrációs sorozathoz desztillált vizet, az ismeretlenekhez az adott vízmintát használjuk referenciaként.