TEMAT ĆWICZENIA:

OZNACZANIE ŻELAZA W WODZIE METODĄ SPEKTROFOTOMETRYCZNĄ

METODA

Spektoroskopia UV-VIS

WPROWADZENIE

Związki żelaza występują w wodach naturalnych na ogół w niewielkich stężeniach, w wodach powierzchniowych ich stężenie rzadko przekracza kilka mg/dm^3. Niektóre wody podziemne zawierają jednak duże ilości żelaza sięgające kilkudziesięciu mg/dm^3, występującego w formie związków żelaza(II) dobrze rozpuszczalnych w wodzie. Obecność tlenu lub substancji utleniających w wodzie sprawia, że żelazo(II) łatwo ulega utlenieniu do żelaza(III), wytrącającego się w postaci wodorotlenku żelazowego lub tlenków żelaza. Żelazo w wodzie może występować w formie rozpuszczonej, koloidalnej, lub jako zawiesina [1]. Ogólna zawartość żelaza w wodach powierzchniowych nie może przekroczyć: 1.0 mg/dm^3 żelaza dla klasy I, 1.5 mg/dm^3 żelaza dla klasy II, 2.0 mg/dm^3 żelaza dla klasy III [2]. Duża zawartość żelaza w wodzie pitnej (powyżej 0.5 mg/dm^3) jest niepożądana, ponieważ jego obecność może powodować mętność i niekorzystnie wpływa na jej walory smakowe.

Żelazo w wodzie może pochodzić z różnych źródeł: z gruntu, ze ścieków przemysłowych, z wód kopalnianych, z korozji rur i żelaznych zbiorników.

Zawartość żelaza w organizmie dorosłej osoby wynosi od 3 do 5 g, z czego ⅔ zawarte jest w hemoglobinie, będącej jego największym magazynem. Dzienne zapotrzebowanie dorosłego człowieka na żelazo wynosi 1 mg u mężczyzn i 2 - 3 mg u kobiet.

W śledzionie dochodzi do rozpadu krwinek czerwonych w wyniku czego uwalniana jest hemoglobina, z której oddziela się hem i globina. Żelazo pochodzące z hemu ponownie jest wykorzystywane do syntezy hemoglobiny w nowych erytroblastach, a grupa pirolowa z hemu przekształca się w bilirubinę i biliwerdynę.

Żelazo jest makroelementem niezbędnym do syntezy hemu, wchłania się w górnym odcinku przewodu pokarmowego, tj. w dwunastnicy i w początkowym odcinku jelita cienkiego. Regulacja wchłaniania żelaza odbywa się dzięki złożonemu mechanizmowi, zwanemu barierą jelitową. Zwiększone zapotrzebowanie na żelazo prowadzi do zwiększenia jego wchłaniania i odwrotnie, gdy spada zapotrzebowanie zmniejsza się jego wchłanianie. Regulacja ta uniemożliwia jego przedawkowanie przy stosowaniu doustnych preparatów żelaza [3].

Żelazo można oznaczać metodą spektrofotometryczną rodankową i z fenantroliną, a także metodami instrumentalnymi ASA i ICP.

---

[1] Hermanowicz W., Dojlido J., Dożańska W., Koziorowski B., Zerze J.: Fizykochemiczne badanie wody i ścieków, Arkady, Warszawa 1999

[2] Dz. U. z 1991 r., nr 116 poz. 503

[3] Ziółko E.: Podstawy fizjologii człowieka, Oficyna Wydawnicza PWSZ, Nysa, 2006

CEL ĆWICZENIA

Spektrofotometryczne oznaczanie żelaza w roztworach wodnych.

ODDCZYNNIKI, NACZYNIA I PRZYRZĄDY

Przyrządy:

Ustawienia spektrofotometru:

- długość fali 470 nm
- kuwety o grubości warstwy absorbującej 1 cm

Szkło laboratoryjne i stosowane odczynniki:

- 9 sztuk kolbek miarowych o poj. 50 ml
- 2 zlewki

Podstawowy roztwór wzorcowy żelaza:
Rozpuścić 0.8640 g 12 hydrat siarczanu(VI) żelazowo amonowego [$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$ w wodzie z dodatkiem 5 ml stężonego kwasu siarkowego i rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski w kolbie pomiarowej o pojemności 1 dm^3. W 1 ml tego roztworu znajduje się 0.1 mg żelaza.

Przygotowanie rodanku amonu:
Rozpuścić 50 g rodanku amonowego lub 65 g rodanku potasowego w wodzie destylowanej w kolbie miarowej o poj. 1 dm^3.

Inne stosowane odczynniki: 2M HCl

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

A) Analiza wody

Przygotowanie roboczego roztworu wzorcowego żelaza:
Do kolbki miarowej o pojemności 100 ml należy pobrać **1 ml podstawowego** roztworu wzorcowego żelaza i dopełnić wodą do kreski. W 1 ml tego roztworu znajduje się 0.001 mg żelaza.

Przygotowanie krzywej wzorcowej

Do kolbek miarowych o pojemności 50 ml należy odmierzyć kolejno: 0, 2.5; 5.0; 10.0; 15.0; 20.0 i 25.0 ml **roboczego** roztworu wzorcowego żelaza co odpowiada: 0, 0.05; 0.1; 0.2; 0.3; 0.4; 0.5 µg żelaza (Fe^{3+}) w 1 ml roztworu.

Następnie do każdej kolbki należy dodać 2 ml 2M HCl oraz 5 ml roztworu NH_4SCN, po czym dopełnić kolbki wodą destylowaną do kreski i wymieszać

Ważne jest, aby pomiary absorbancji dla poszczególnych wzorców wykonać w czasie nie dłuższym niż 5 min, stosując jako odnośnik wzorzec z wodą destylowaną przy długości fali **480 nm**.

Wykonanie oznaczenia:

Do kolbki o objętości 50 ml należy pobrać 25 ml badanej cieczy dodać 2 ml 2M HCl i 5 ml roztworu NH_4SCN, następnie roztwór należy dopełnić wodą destylowaną do kreski. Absorbancję należy zmierzyć przy długości fali **λ = 480 nm** tak jak w przypadku sporządzania krzywej wzorcowej.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Po wykonaniu ćwiczenia należy wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych (OX) stężenie jonów Fe^{3+} roztworów wzorcowych, a na osi rzędnych (OY) - odpowiednie wartości absorbancji. Z tak otrzymanej krzywej należy odczytać stężenia Fe^{3+} w badanych roztworach.

B) Analiza zawartości żelaza w produktach farmaceutycznych

Przygotowanie roboczego roztworu wzorcowego żelaza:
Do kolbki miarowej o pojemności 100 ml należy pobrać **10 ml podstawowego** roztworu wzorcowego żelaza i dopełnić wodą do kreski. W 1 ml tego roztworu znajduje się 0.01 mg żelaza.

Przygotowanie krzywej wzorcowej.

Do kolbek miarowych o pojemności 50 ml należy odmierzyć kolejno: 0, 2.5; 5.0; 10.0; 15.0; 20.0 i 25.0 ml **roboczego** roztworu wzorcowego żelaza co odpowiada: 0, 5; 10; 20; 30; 40; 50 µg żelaza (Fe^{3+}) w 1 ml roztworu.

Następnie do każdej kolbki należy dodać 2 ml 2M HCl oraz 5 ml roztworu NH_4SCN, po czym dopełnić kolbki wodą destylowaną do kreski i wymieszać

Ważne jest, aby pomiary absorbancji dla poszczególnych wzorców wykonać w czasie nie dłuższym niż 5 min, stosując jako odnośnik wzorzec z wodą destylowaną przy długości fali **480 nm**.

Wykonanie oznaczenia:

Tabletki zawierające związki żelaza należy rozdrobnić w moździerzu porcelanowym za pomocą tłuczka. Otrzymaną zawartość za pomocą lejka należy przenieść do kolbki o objętości 50 ml, następnie do kolbki należy dodać 2 ml 2M HCl oraz 5 ml roztworu NH_4SCN, po czym dopełnić wodą destylowaną do kreski. Absorbancję należy zmierzyć przy długości fali λ = **480 nm** tak jak w przypadku sporządzania krzywej wzorcowej. Czynność tę powinno powtórzyć się 3 razy.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Po wykonaniu ćwiczenia należy wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych (OX) stężenie jonów Fe^{3+} roztworów wzorcowych, a na osi rzędnych (OY) - odpowiednie wartości absorbancji. Z tak otrzymanej krzywej należy odczytać stężenia Fe^{3+} w badanych roztworach. Uzyskane wyniki należy zinterpretować.