

# **Protokoll zum Versuch 50: Photometrie vom 06.11.2003**

**Thema:**  
Photometrische  $\text{Fe}^{2+}$ -Konzentrationsbestimmung  
mit Phenanthrolin

für das Protokoll:

Stefan Rüdiger Rill  
Datum: 25.11.2003

## 1 Materialien

### 1.1 Chemikalien

- Ammoniumeisen(II)-sulfat-Hexahydrat  $(NH_4)_2 Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- Ammoniumacetat  $CH_3COONH_4$
- Eisessig ( $CH_3COOH$ ): C: R 10-35; S 23.2-26-45
- Hydroxylaminhydrochlorid  $(NH_2)OH \cdot HCl$ : Xn; N: R 22-36/38-43-48/22-50;  
S 22-24-37-61
- Phenanthroliniumchlorid:
- $H_2SO_4$  konz.: R 35; S 26-30-45

### 1.2 Geräte

- Messkolben 1000 ml
- 8 Messkolben 100 ml
- 2 Messkolben 250 ml
- Messpipette
- Einwegpipetten
- Küvette
- Photometer

## 2 Herstellung der Reagenzien

### 2.1 Herstellung der Grundlösungen

Es werden folgende Grundlösungen hergestellt.

- **Stammlösung I** ( $Fe^{2+}$ -Konzentration: 50 ppm)  
In einem 1000 ml Messkolben werden 0,351 g  $(NH_4)_2 Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  mit 10 ml konz. Schwefelsäure (zur Stabilisierung) versetzt und der Messkolben mit Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.
- **Stammlösung II** ( $Fe^{2+}$ -Konzentration: 10 ppm)  
In einem 250 ml Messkolben werden 50ml Stammlösung I mit Wasser auf 250 ml aufgefüllt.
- **Puffer**  
In einem 100 ml Messkolben werden 40g Ammoniumacetat mit 40 ml Eisessig versetzt und mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.
- **Hydroxylammoniumchlorid-Lösung**  
In einem 100 ml Messkolben werden 10 g Hydroxylammoniumchlorid mit Wasser auf 100 ml gefüllt.

➤ **Phenanthroliniumchlorid-Lösung**

In einem 100 ml Messkolben werden 0,5 g Phenanthroliniumchlorid mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

➤ **Probelösung**

Die im 250 ml Messkolben erhaltene Probelösung ( $Fe^{2+}$ ) wird mit 2 ml konz. Schwefelsäure versetzt und auf 250 ml mit Wasser aufgefüllt.

## 2.2 Mischung der zu untersuchenden Lösungen

In fünf 100 ml Messkolben werden jeweils 10 ml Pufferlösung, 2 ml Hydroxylammoniumchlorid-Lösung und 2 ml Phenanthroliniumchlorid-Lösung gegeben. In den jeweiligen Kolben wird noch zugefügt:

Lsg. 1: keine weiteren Reagenzien (Blindprobe)

Lsg. 2: 10 ml Stammlösung II ( $\Rightarrow Fe^{2+}$ -Konzentration: 1 ppm)

Lsg. 3: 20 ml Stammlösung II ( $\Rightarrow Fe^{2+}$ -Konzentration: 2 ppm)

Lsg. 4: 30 ml Stammlösung II ( $\Rightarrow Fe^{2+}$ -Konzentration: 3 ppm)

Lsg. 5: 50 ml Probelösung ( $\Rightarrow Fe^{2+}$ -Konzentration: wird ermittelt)

Die Kolben werden mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt, gut durchmischt und 10 bis 30 min stehen gelassen.

## 3 Theoretischer Hintergrund

Die Photometrie beruht auf der Tatsache, dass durch eine flüssige Probe geschicktes monochromatisches Licht (bzw. elektromagnetische Welle) teilweise absorbiert wird. Hierbei wird die Eigenfärbung der Probe durch Zugabe geeigneter Nachweisreagenzien ausgenutzt.

Die in der Probelösung enthaltene Substanz absorbiert teilweise die monochromatischen Photonen, indem Elektronen angeregt werden. Fallen die angeregten Elektronen in den Grundzustand zurück, werden Photonen in verschiedene Richtungen ausgesandt; somit nicht (bzw. so gut wie nicht) auf den Sensor. Das Maß der Absorption hängt von der Konzentration der Substanz in der Lösung und dem Lösungsmittel ab.

Da die Anregung der Elektronen der Quantenmechanik gehorchen, wird Licht einer spezifischen Wellenlänge benötigt (=monochromatisch). Die zu verwendende Frequenz wird aus dem Absorptionsspektrum des zu untersuchenden Stoffes ausgewählt. Hierbei sollte jene Wellenlänge ausgewählt werden, bei der ein Absorptionsmaximum auftritt. Gleichzeitig müssen auch folgende Bedingungen beachtet werden:

- Quarzglasküvetten absorbieren unter 300 nm
- der Sauerstoff der Luft absorbiert unterhalb von 195 nm

Für den durch die Nachweisreagenz Phenanthroliniumchlorid entstehenden, orangenen  $[Fe(Phenanthrolin)_3]^{2+}$ -Komplex (Ferrou) liegt die optimale Wellenlänge bei 510 nm.

Zwischen der Ausgangsintensität des Lichtes  $I_0$  und der Intensität des durchgelassenen Lichtes  $I_{trans}$  bestehen folgender Zusammenhang:

$$I_{trans} = I_0 \cdot e^{-\varepsilon \cdot c \cdot d}$$

$$T = \frac{I_{trans}}{I_0} = e^{-\varepsilon \cdot c \cdot d}$$

( $T$ : Transmission;  $\varepsilon$ : Extinktionskoeffizient;  $c$ : Konzentration;  $d$ : Schichtdicke)

Da eine logarithmische Kurve zum Ablesen der Werte unhandlich ist, formt man die Gleichung um und definiert die Extinktion  $E$ .

$$\ln T = \ln e^{-\varepsilon \cdot c \cdot d}$$

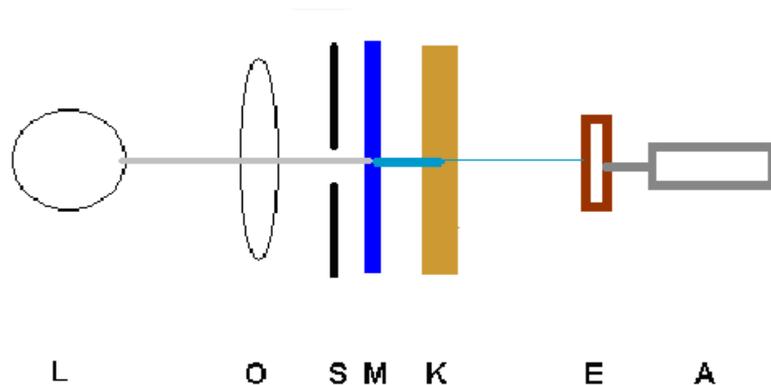
$$\ln T = -\ln e^{\varepsilon \cdot c \cdot d} = E$$

Somit erhält man das Lambert-Beer'sche Gesetz zur Konzentrationsbestimmung. Dieses Gesetz gilt aber nur bei sehr geringen Konzentrationen (wenige ppm).

Weil das verwendete Photometer nicht die Transmission sondern die Absorption  $A$  in Prozent misst, erhält man die Transmission, indem man den abgelesenen Absorptionswert durch 100 dividiert und von 1 abzieht.

$$T = 1 - \frac{A}{100}$$

#### 4 Schematischer Aufbau eines Photometers



Von einer Lichtquelle L werden, nachdem ein dünner Strahl durch die Optik O mit Spaltblende S ausgesondert wurde, bestimmte Wellenlängen durch Filter oder Prismen (Monochromator) M selektiert. Für z. B. orangefarbene Lösungen wird ein Filter der Komplementärfarbe blau verwendet. Diese monochromatische Strahlung gelangt zur Küvette K, in der das durch die Lösung gehende Licht, je nach Konzentration des Farbstoffes geschwächt wird. Das Licht gelangt schließlich zum Strahlungsempfänger E (Photozelle). Der gemessene Wert wird dann auf der Anzeige A ausgegeben.

## 5 Versuchsdurchführung

Die Lösungen 1 bis 5 werden nach ansteigender Konzentration im Photometer bei 510 nm vermessen. Hierbei sollte immer die gleiche Küvette verwendet werden und die Küvette nach der Messung mit Wasser und anschließend zweimal mit der zu messenden Lösung gespült werden. Erst danach ist die Küvette mit der Messlösung zu befüllen und zu vermessen.

Lösung 1 ist die Blindprobe mit dem Lösungsmittel. Nach deren Vermessung wird das Photometer auf 0 kalibriert, um im Diagramm eine Ursprungsgerade zu erhalten.

Für die Lösungen ergaben sich folgende Werte:

	Absorption [%]	$T = 1 - \frac{A}{100}$	$E = -\ln T$
Lösung 2	0,103	0,99897	$1,03054 \cdot 10^{-3}$
Lösung 3	0,216	0,99784	$2,16234 \cdot 10^{-3}$
Lösung 4	0,360	0,9964	$3,60650 \cdot 10^{-3}$
Lösung 5	1,498	0,98502	0,01509

Nun wird in einem Koordinatensystem die Extinktion gegen die Konzentration in ppm eingetragen, die Ausgleichsgerade gelegt und die Konzentration der Lösung 5 anhand ihrer Extinktion abgelesen (Diagramm siehe Anhang). Bei unseren Messungen stellte sich für die Lösung 5 eine Konzentration von 12,7 ppm heraus.

Eventuelle Fehler lassen sich auf nicht 100%ig saubere Küvetten und die relativ hohe Konzentration von ca. 12,7 ppm sowie Ungenauigkeiten bei der Herstellung der Stammlösungen, zurückführen.