

Praktische opdracht scheikunde: ijzergehalte in grondwater

Met spectrometer.

Namen:

Klas:

Datum:

Dit practicum is gemaakt door Radboud Universiteit.

Introductie en onderzoeksdoel

In ons grondwater zitten verschillende soorten stoffen. Uit het grondwater kunnen daarom verschillende gehalten worden gehaald van deze verschillende stoffen. Een belangrijk gehalte waar veel onderzoek naar gedaan wordt is het ijzergehalte.

In dit practicum ga je het ijzergehalte van grondwater bepalen met behulp van een spectrometer.

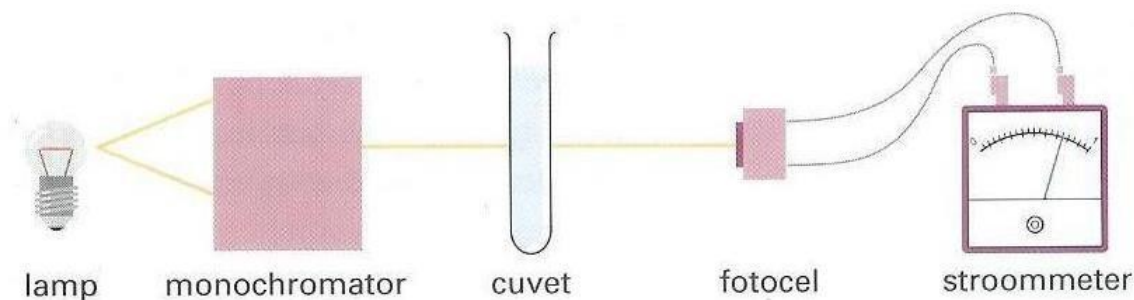
Theoretisch kader

UV-VIS-spectrofotometrie

UV-VIS-spectrofotometrie is een chemische analysetechniek waarbij de absorptie (opname) of transmissie (doorlating) van licht bij verschillende golflengtes (λ) gemeten wordt. Deze absorptie kan zowel gemeten worden voor zichtbaar licht (VIS = visible) als voor ultraviolet licht (UV-licht).

Met een spectrofotometer kan je bij verschillende golflengtes de intensiteit van het licht dat door een oplossing (= monster) wordt doorgelaten meten. Een absorptiespectrum wordt verkregen door de gemeten absorptie uit te zetten tegen de golflengte van het licht.

Sommige stoffen (deeltjes in oplossing) hebben de eigenschap dat zij licht van een bepaalde golflengte absorberen. Deze eigenschap kan gebruikt worden om een stof (die deeltjes) te identificeren, de fysische eigenschappen te bekijken of de concentratie van een stof (die deeltjes) in een oplossing te bepalen.



Een simpele spectrofotometer, ook wel colorimeter genoemd, bestaat uit een lichtbron die wit licht (alle golflengten tussen 400 nm – 800 nm; voor mensen zichtbaar licht) uitstraalt.

Het licht schijnt vervolgens door een monochromator, meestal een prisma, om licht van een specifieke golflengte te selecteren.

Uiteindelijk bereikt het licht, via een cuvet gevuld met het te meten monster, een detector (fotocel) die de lichtintensiteit omzet in een elektrische stroom. De stroomsterkte (de uitslag van de meter in het plaatje) is een maat voor de hoeveelheid licht die door het monster op de fotocel valt.

Er zijn maar weinig anorganische ionen die in het golflengtegebied tussen 190 en 900 nm licht absorberen (een uitzondering vormt het nitraation NO_3^-). Om de concentratie van deze ionen toch kwantitatief te kunnen bepalen worden ze via een reactie gekoppeld aan een ander, meestal organisch, molecuul zodanig dat het ontstane deeltje wel in het gewenste golflengtegebied licht absorbeert. De gevormde lichtabsorberende deeltjes zijn vaak erg ingewikkeld van samenstelling.

Om de concentratie van lichtabsorberende stoffen in een oplossing te kunnen bepalen maken we gebruik van de wet van Lambert-Beer:

$$E = \varepsilon \cdot c \cdot d$$

Hierin is:

- ε de extinctiecoëfficiënt: een constante in $\text{L} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$;
- c de concentratie van de lichtabsorberende stof in de oplossing in $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$;
- d de (optische) lengte die het licht aflegt door de oplossing in cm;
- E de extinctie, een maat voor de lichtabsorptie van de oplossing

Voor de extinctie E geldt ook:

$$E = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log T$$

I is de gemeten intensiteit van het licht dat door het *monster* wordt doorgelaten en I_0 is de intensiteit van het licht dat door de *blanco* (een mengsel van alle bestanddelen van het monster, behalve de lichtabsorberende stof waarvan je de concentratie wilt bepalen) wordt doorgelaten. De wet van Lambert-Beer is bruikbaar om concentraties te bepalen bij extinctiewaarden tussen de 0,1 en 1,0. T is de transmissie: de verhouding tussen de intensiteiten van het licht dat door het monster wordt doorgelaten en het licht dat door de blanco wordt doorgelaten.

Kalibratielijijn

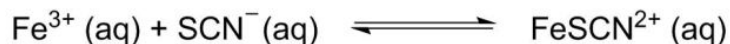
Om uit de extinctie de concentratie van een lichtabsorberende stof in oplossing te kunnen bepalen hebben we de extinctiecoëfficiënt nodig. De extinctiecoëfficiënt kan bepaald worden door een aantal (kalibratie-)oplossingen van de lichtabsorberende stof met bekende concentratie te maken, daarvan de extinctie te meten en vervolgens in een grafiek de extinctie van de kalibratie-oplossingen uit te zetten tegen de concentratie van de lichtabsorberende stof. De rechte lijn die het best past bij de punten in de grafiek noemen we een 'kalibratielijijn'.

Het meten van de ijzer(III)concentratie

Grondwater bevat zowel ijzer(II)ionen ($\text{Fe}^{2+}(\text{aq})$) als ijzer(III)ionen ($\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$).

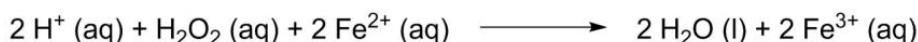
Ijzer(III)ionen vormen met thiocynaationen ($\text{SCN}^{-}(\text{aq})$) een rood gekleurd 'complex ion'.

Dit kan worden weergegeven in de volgende reactievergelijking:



Van een oplossing met dit complexe ion kan de extinctie worden gemeten. De gevonden waarde wordt vervolgens vergeleken met de kalibratielijijn die het verband tussen de extinctie en de concentratie van het rood gekleurde ijzer(III)complex weergeeft. Hieruit kan de ijzer(III)concentratie worden bepaald.

Omdat we in dit experiment het totale ijzergehalte ($\text{Fe}^{2+}(\text{aq})$ plus $\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$) willen bepalen, moet eerst al het aanwezige $\text{Fe}^{2+}(\text{aq})$ omgezet worden in $\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$. Dit gebeurt door de volgende reactie met een aangezuurde oplossing van waterstofperoxide ($\text{H}_2\text{O}_2(\text{aq})$):



Het verloop van de kalibratielijijn wordt bepaald door extinctiemetingen te verrichten aan een serie oplossingen met bekende ijzer(III)concentratie. Voor de bereiding van deze ijkreeks maak je gebruik van een standaardoplossing die 8,0 mg ijzer(III) per liter bevat. De oplossing is aangezuurd met zoutzuur (een oplossing van waterstofchloride in water) om te voorkomen dat hij troebel wordt.

Benodigdheden

Materialen

- 1 spuitfles met demiwater
- spectrofotometer
- 9 plastic cuvetten
- 1 watervaste stift
- 1 buizenrek
- 15 glazen pasteurpipetten
- 9 (met dopjes) afsluitbare (centrifuge)buizen (van 15 mL) met schaalverdeling
- 3 plastic pasteurpipetten van 1 mL met schaalverdeling
- 3 plastic pasteurpipetten van 3 mL met schaalverdeling
- 1 pipetteerballonnetje
- 2 vellen millimeterpapier
- afvalvat

Chemicaliën

- 30 mL aangezuurde standaard-ijzeroplossing: 8,0 mg $\text{Fe}^{3+} \cdot \text{L}^{-1}$
- 10 mL kaliumthiocyanaatoplossing: 2 M KSCN
- Druppelflesje waterstofperoxide-oplossing: 3% H_2O_2 in water
- 2 mL zoutzuur: 1 M HCl oplossing
- 5 mL grondwater

Werkwijze

Hoewel de werkwijzen voor het meten van de ijkreeks en het grondwatermonster hieronder apart worden beschreven is het beter als je ze zoveel mogelijk *gelijktijdig* uitvoert en alle metingen ook direct achter elkaar doet.

Kalibratiereeks maken en meten

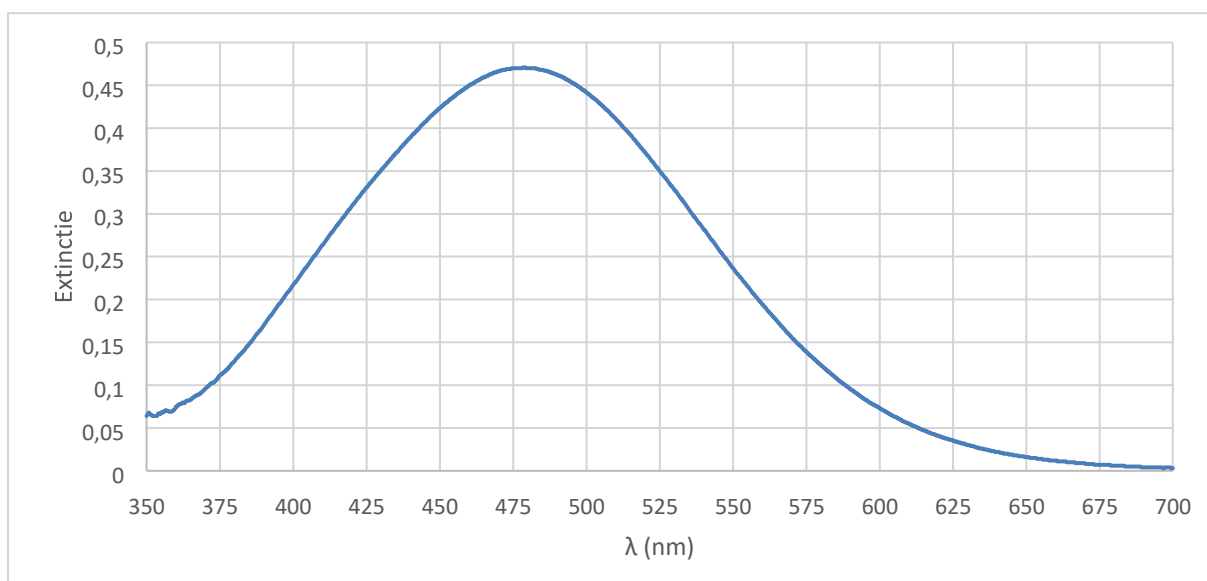
1. Nummer acht buizen 0 t/m 7.
2. Pipetteer in de achtereenvolgende buizen 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 en 7,0 mL van de aangezuurde standaard-ijzeroplossing.
3. Voeg aan elke buis 1,0 mL van de kaliumthiocyanaatoplossing toe.
4. Vul nu elke buis aan met water tot 10,0 mL.
5. Zet dopjes op de buizen en schud ze voorzichtig, zodat de inhoud goed gehomogeniseerd wordt.
6. Maak nu opdracht 1 en 2.
7. Breng wat vloeistof uit buis 0 over in een cuvet en meet met behulp van de spectrofotometer de extinctie van deze oplossing bij de golflengte die je bij opdracht 2 bepaald hebt.
8. Meet achtereenvolgens de extinctie van de overige oplossingen bij dezelfde golflengte.

Verdunde grondwateroplossing maken en meten

1. Markeer de negende buis met een 'M'.
2. Breng 5,0 mL van het grondwatermonster over in de buis.
3. Voeg een druppel 3% waterstofperoxide-oplossing toe.
4. Voeg 1,0 mL van de kaliumthiocyanaatoplossing toe.
5. Voeg 2,0 mL zoutzuur toe.
6. Vul nu de buis aan met water tot 10,0 mL.
7. Doe het dopje op de buis en schud voorzichtig, zodat de inhoud goed gehomogeniseerd wordt.
8. Meet ook de extinctie van deze oplossing bij de eerder bepaalde golflengte.

Vragen en opdrachten.

1. Wat is de eenheid van extinctie? Motiveer je antwoord. (2p)



2. Hierboven is het absorptiespectrum van het ijzer(III)thiocyanaatcomplex weergegeven. Om een geschikte kalibratielijn te maken, wordt bij een vooraf bepaalde golflengte (λ) gemeten. Bepaal aan de hand van dit absorptiespectrum bij welke golflengte gemeten moet worden om de beste kalibratielijn te kunnen maken. Motiveer je antwoord. (5p)

3. Bereken voor elk van de oplossingen uit je kalibratiereeks het ijzer(III)gehalte in $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$. Noteer hieronder alleen de berekening voor de oplossing in de buis met nummer 1, maar noteer wel ook de uitkomsten van de andere buizen in de tabel bij opgave 4. (3p)

Berekening:

4. Vul de berekende ijzer(III)gehaltes en de gemeten extincties in in onderstaande tabel. Als het bij vraag 3 niet gelukt is de gehalten uit te rekenen, neem dan aan dat deze achtereenvolgens 0,0; 1,25; 1,70; 3,44; 4,47; 4,84; 5,66 en 7,12 mg L⁻¹ zijn. (6p)

Buis nummer	ijzer(III)gehalte (mg·L ⁻¹)	Extinctie
0		
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		

5. Zet op het millimeterpapier in een grafiek de extinctie uit tegen het ijzer(III)gehalte. Trek een zo goed mogelijk passende rechte lijn door de meetpunten. (8p)
6. Bepaal en/of bereken met behulp van de grafiek het ijzer(III)gehalte van het onderzochte watermonster. Geef duidelijk aan hoe je aan je antwoord komt. (2p)

7. Bereken de totale ijzerconcentratie in het oorspronkelijke grondwater uitgedrukt in mg L^{-1} . (2p)

8. Waarom is de blanco bij dit experiment geen (zuiver) water, maar een KSCN-oplossing? Motiveer je antwoord. (2p)

9. Hoe kun je door een kleine aanpassing van dit experiment zowel het ijzer(II)gehalte als het ijzer(III)gehalte in het grondwater bepalen? Motiveer je antwoord. (4p)

10. De concentratie van de thiocynaationen in de oplossingen is groot ten opzichte van de totale ijzerionenconcentratie. Geef hiervoor de belangrijkste reden. (2p)

Klaar met dit practicum?

Ga naar exactwatjezoekt.nl voor hulp bij de exacte vakken. Ook vind je informatie over studies en beroepen in de bèta en techniek.



Heb je een vraag over scheikunde?

Onze experts zitten voor je klaar en helpen je graag via <https://exactwatjezoekt.nl/hulp-bij-leren/>



Doe de studiekeuze test en check welke studies het beste bij jou passen op

<https://exactwatjezoekt.nl/studiekeuze/>



Wil je iets met bèta of techniek?

Maak kennis met de beroepen op <https://exactwatjezoekt.nl/overzicht-beroepen/>