

## Spektrofotometryczne wyznaczanie stałej dysocjacji czerwieni fenolowej

**Metoda:** Spektrofotometria UV-Vis

**Cel ćwiczenia:** Celem ćwiczenia jest zapoznanie studenta z fotometryczną metodą badania stanów równowagi chemicznej w roztworach oraz wyznaczenie stałej dysocjacji kwasowej czerwieni fenolowej na podstawie pomiarów spektrofotometrycznych.

### Odczynniki

- Czerwień fenolowa cz.d.a., roztwór wodny o stężeniu 0.02%
- Roztwór podstawowy wg Brittona i Robinsona oraz inne sole i roztwory
- Roztwór NaOH o stężeniu 0,2 mol/dm<sup>3</sup>

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolby miarowe o pojemności 10 cm<sup>3</sup> – 20 szt. oraz pipety o różnych pojemnościach
- Spektrofotometr UV-Vis

**Sposób wykonania:** Serie buforów do pomiarów absorbancji można wykonać na dwa sposoby, z roztworu podstawowego wg Brittona i Robinsona lub roztworów buforowych różnych substancji.

### **Sposób 1.**

1. Sporządzić serię buforów w kolbach o pojemności 10 cm<sup>3</sup> dodając roztwór wg Brittona i Robinsona oraz roztwór NaOH zgodnie z tabelą podaną poniżej.

Roztwór	Objętość roztworu wg Brittona i Robinsona	Objętość roztworu NaOH o stężeniu 0,2 mol/dm <sup>3</sup>	pH
1	5,0 cm <sup>3</sup>	0,00 cm <sup>3</sup>	1,81
2	5,0 cm <sup>3</sup>	0,25 cm <sup>3</sup>	1,98
3	5,0 cm <sup>3</sup>	0,50 cm <sup>3</sup>	2,21
4	5,0 cm <sup>3</sup>	0,75 cm <sup>3</sup>	2,56
5	5,0 cm <sup>3</sup>	1,00 cm <sup>3</sup>	3,29
6	5,0 cm <sup>3</sup>	1,25 cm <sup>3</sup>	4,10
7	5,0 cm <sup>3</sup>	1,50 cm <sup>3</sup>	4,56
8	5,0 cm <sup>3</sup>	1,75 cm <sup>3</sup>	5,02
9	5,0 cm <sup>3</sup>	2,00 cm <sup>3</sup>	5,72
10	5,0 cm <sup>3</sup>	2,25 cm <sup>3</sup>	6,37
11	5,0 cm <sup>3</sup>	2,50 cm <sup>3</sup>	6,80
12	5,0 cm <sup>3</sup>	2,75 cm <sup>3</sup>	7,24
13	5,0 cm <sup>3</sup>	3,00 cm <sup>3</sup>	7,96
14	5,0 cm <sup>3</sup>	3,25 cm <sup>3</sup>	8,69
15	5,0 cm <sup>3</sup>	3,50 cm <sup>3</sup>	9,15
16	5,0 cm <sup>3</sup>	3,75 cm <sup>3</sup>	9,62
17	5,0 cm <sup>3</sup>	4,00 cm <sup>3</sup>	10,38
18	5,0 cm <sup>3</sup>	4,25 cm <sup>3</sup>	11,20
19	5,0 cm <sup>3</sup>	4,50 cm <sup>3</sup>	11,58

2. Do kolbek miarowych z roztworami buforowymi przygotowanymi powyżej należy odmierzyć dokładnie po  $0,5 \text{ cm}^3$  **0.02%** roztworu wskaźnika – czerwieni fenolowej. Kolbki uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwory w kolbach dokładnie wymieszać.

3. Pomiar wykonać w kuwetach kwarcowych o szerokości 1 cm, w tym celu należy pobrać  $2 \text{ cm}^3$  substancji oznaczanej i przenieść do kufy pomiarowej. Odnośnikiem w pomiarach jest druga kuweta kwarcowa napełniona wodą destylowaną.

4. Zarejestrować widmo absorpcji dla roztworu nr **5** i **16** w granicach długości fali od 350 do 650 nm, w odstępach co 10 nm, zapisując wartości absorbancji. Następnie wybierając dwie analityczne długości fali (maksima absorbancji) wykonujemy pomiary dla pozostałych roztworów również zapisując wartości absorbancji.

### Sposób 2.

1. Sporządzić serię buforów w kolbach o pojemności  $10 \text{ cm}^3$  zgodnie z tabelą poniżej.

	stężenie	związek	wykonanie	pH
1.	0.05 mol/kg	potasu triwodorodiszcawian dwuwodny ( $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.1262 \text{ g}$	1.68
2.	roztwór nasycony w $25^\circ\text{C}$	potasu wodorowinian ( $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.064 \text{ g}$	3.56
3.	0.05 mol/kg	potasu wodoroftalan dwuwodny ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.1012 \text{ g}$	4.01
4.	$0.01 \text{ mol/dm}^3$ $0.1 \text{ mol/dm}^3$	kwasy octowy ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) sodu octan trójwodny ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )	$1 \text{ cm}^3$ 0.1 M $m_{\text{naważki}} = 0.082 \text{ g}$	5.41
5.	0.025 mol/kg 0.025 mol/kg	disodu wodorofosforan ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) potasu diwodorofosforan ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.0893 \text{ g}$ $m_{\text{naważki}} = 0.0339 \text{ g}$	6.87
6.	0.03043 mol/kg 0.008695 mol/kg	disodu wodorofosforan ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) potasu diwodorofosforan ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.1085 \text{ g}$ $m_{\text{naważki}} = 0.0118 \text{ g}$	7.41
7.	0.01 mol/kg	tetraboran sodu dziesięciowodny ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.1901 \text{ g}$	9.18
8.	0.025 mol/kg 0.025 mol/kg	sodu wodorowęglan ( $\text{NaHCO}_3$ ) sodu węglan ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )	$m_{\text{naważki}} = 0.0209 \text{ g}$ $m_{\text{naważki}} = 0.0713 \text{ g}$	10.01
9.	roztwór nasycony w $25^\circ\text{C}$	wapnia wodorotlenek [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ]	$m_{\text{naważki}} = 0.015 \text{ g}$	12.45

Substancje naważamy bezpośrednio w kolbach miarowych, następnie dodajemy  $5 \text{ cm}^3$  wody destylowanej, rozpuszczamy związki i postępujemy zgodnie z dalszymi instrukcjami.

2. Do kolbek miarowych z roztworami buforowymi kolejno od **1** do **9** przygotowanych powyżej należy odmierzyć dokładnie po  $1.0\text{ cm}^3$  0.01% roztworu wskaźnika – czerwieni fenolowej. Kolbki uzupełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwory w kolbach dokładnie wymieszać.
3. Pomiar wykonać w kuwetach kwarcowych o szerokości 1 cm, w tym celu należy pobrać  $2\text{ cm}^3$  substancji oznaczanej i przenieść do kuwety pomiarowej. Odnośnikiem w pomiarach jest druga kuweta kwarcowa napełniona wodą destylowaną.
4. Zarejestrować widmo absorpcji dla roztworu nr **2** i **8** w granicach długości fali od 350 do 650 nm, w odstępach co 10 nm, zapisując wartości absorbancji. Następnie wybierając dwie analityczne długości fali (maksima absorbancji) wykonujemy pomiary dla pozostałych 8 roztworów również zapisując wartości absorbancji.

**Opracowanie wyników:**

1. Sporządzić tabelę długości fali światła, przy których absorbancje osiągają maksimum oraz absorbancje odpowiadające tym długościom, np.

$\lambda_{\max}$ [nm]	Absorbancja					
	pH <sub>1</sub>	pH <sub>2</sub>	pH <sub>3</sub>	...	pH <sub>n-1</sub>	pH <sub>n</sub>
$\lambda_{\max 1}$						
$\lambda_{\max 2}$						

2. Na podstawie pomiarów zestawionych w powyższej tabeli wykreślić zależność absorbancji od pH roztworów przy  $\lambda_{\max 1}$  i przy  $\lambda_{\max 2}$ .
3. Znaleźć stałą dysocjacji wskaźnika sposobem graficznym i uzasadnić przeprowadzone postępowanie.

**Literatura:**

1. W. Szczepaniak, „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN 2005.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna”, PWN 1998.
3. A. Cygański, „Metody spektroskopowe w chemii analitycznej”, WNT 2002.

## Wyznaczanie składu kompleksu metodami Yoe'a – Jonesa (stosunku molowego) oraz Joba (zmian ciągłych)

**Metoda:** Spektrofotometria UV-Vis

**Cel ćwiczenia:** Celem ćwiczenia jest wyznaczenie składu kompleksu kobaltu(II) z nitrozo-R-solą w buforze octanowym o pH = 5.6

### Odczynniki

- Chlorek kobaltu(II) cz.d.a., roztwór o stężeniu 0.001 mol/cm<sup>3</sup>
- Bufor octanowy o pH=5.6
- Nitrozo-R-sól cz.d.a., roztwór o stężeniu 0.001 mol/cm<sup>3</sup>

### Aparatura i sprzęt laboratoryjny

- Kolby miarowe o pojemności 10 cm<sup>3</sup> – 28 szt.
- Pipeta jednomiarowa pojemności 2 cm<sup>3</sup> – 1 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 5 cm<sup>3</sup> – 2 szt.
- Pipeta wielomiarowa pojemności 10 cm<sup>3</sup> – 2 szt.
- Spektrofotometr

### **Sposób wykonania:**

#### **1. Wyznaczenie składu kompleksu kobaltu(II) z nitrozo-R-solą, metodą Yoe'a-Jonesa.**

Do piętnastu kolbek miarowych o pojemności 10 cm<sup>3</sup> wprowadzić po 2 cm<sup>3</sup> buforu octanowego, a następnie odmierzyć podane w tabeli ilości roztworów soli kobaltu(II) oraz nitrozo-R-soli.

	Numer próbki						
	1	2	3	...	13	14	15
Objętość Co(II) [ml]	1	1	1	...	1	1	1
Objętość nRS [ml]	0.0	0.4	0.8	...	4.8	5.2	5.6
Absorbancja							

Zawartość kolbek uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać i po upływie 10 minut zmierzyć absorbancję wszystkich próbek w kuwetach 1 cm, wobec wody jako odnośnika przy długości fali 530 nm.

#### **2. Wyznaczenie składu kompleksu kobaltu(II) z nitrozo-R-solą, metodą Joba.**

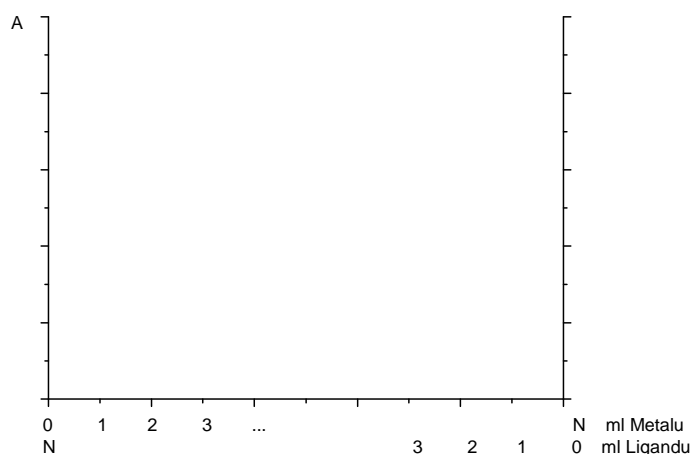
Do trzynastu kolbek miarowych o pojemności 10 cm<sup>3</sup> wprowadzić po 2 cm<sup>3</sup> buforu octanowego, a następnie odmierzyć podane w tabeli ilości roztworów soli kobaltu(II) oraz nitrozo-R-soli.

	Numer próbki						
	1	2	3	...	11	12	13
Objętość Co(II) [ml]	0.0	0.4	0.8	...	4.0	4.4	4.8
Objętość nRS [ml]	4.8	4.4	4.0	...	0.8	0.4	0.0
Absorbancja							

Zawartość kolbek uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Dokładnie wymieszać i po upływie 10 minut zmierzyć absorbancję wszystkich próbek w kuwetach 1 cm, wobec wody jako odnośnika przy długości fali 530 nm.

**Opracowanie wyników:**

1. Zgodnie z danymi uzyskanymi w pkt. 1 wykonać wykresy:
  - a) zależności absorbancji od ilości  $\text{cm}^3$  nitrozo-R-soli w kolejnych mierzonych próbkach
2. Sporządzić wykresy zgodne z danymi uzyskanymi w pkt. 2:
  - a) w układzie osi współrzędnych według podanego wzoru:



3. Porównać uzyskane dla każdego kompleksu wykresy i wyznaczyć składy badanych kompleksów.

**Literatura:**

1. W. Szczepaniak, „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, PWN 2005.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, „Chemia Analityczna, tom 3, Analiza Instrumentalna”, PWN 1998.
3. A. Cygański, „Metody spektroskopowe w chemii analitycznej”, WNT 2002.