

## 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.

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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> substancji oznaczanej i przenieść do kuwety 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.

**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.**

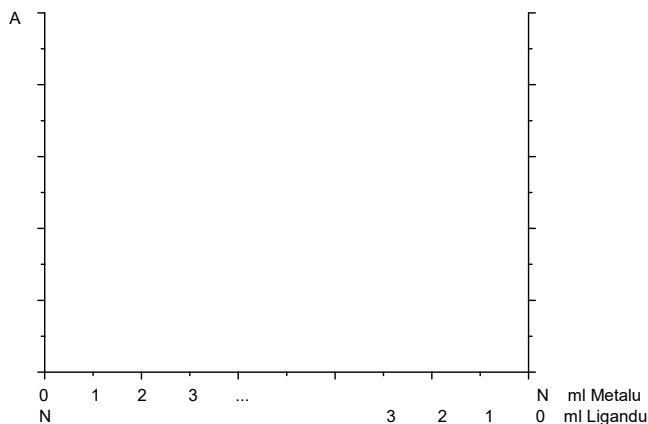
Do trzynastu kolbek miarowych o pojemności 10 cm<sup>3</sup> wprowadzić po 2 cm<sup>3</sup> buforu octanowego, a następnie odmierzyć podane w tabeli ilości roztworów soli kobaltu(II) oraz nitrozo-R-soli.

	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.