

Лабораторна робота №8

Визначення барвників у їх двокомпонентній суміші. Варіант 5: Бромфеноловий синій - Крезоловий червоний

Ульяницький Олександр

10 червня 2010 р.

Мета роботи

Ознайомитись з принципом та можливостями методу двохвильової спектрофотометрії та застосувати його для визначення барвників у суміші.

Розчини

1. Бромфеноловий синій, водний розчин, $C_{\text{БФС}} = 0,05$ мг/мл.
2. Крезоловий червоний, водний розчин, $C_{\text{КЧ}} = 0,05$ мг/мл.

Посуд

1. Мірні колби ємністю 25,0 мл (18 шт.).
2. Піпетки з поділками ємністю 1,00, 2,00, 5,00 мл та 10,00 мл.
3. Кювети скляні або кварцові з $l = 1,0$ (2 шт.).

Теоретичні відомості

Табл. 1: Теоретичні відомості бромфенолового синього та крезолового червоного [1]

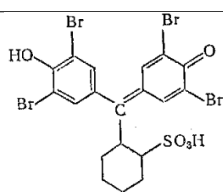
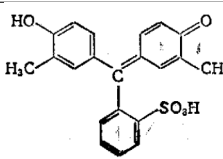
Назва	Формула реагенту	pH переходу забарвлення та λ_{max} , нм
Бромфеноловий синій (тетрабромфенолсульфоталеїн)		3,0–4,6; жовто—синій; 436, 592
Крезоловий червоний (o-крезолсульфоталеїн)		0,2–1,8; червоний—жовтий; 7,0–8,8; червоний—пурпурний; 434, 572

Табл. 2: Світлопоглинання розчинів барвників ($C_A = C_B = 5,00$ мг/л)

λ , нм	A_A , відн. од.	A_B , відн. од.	$\Delta A = A_A - A_B$

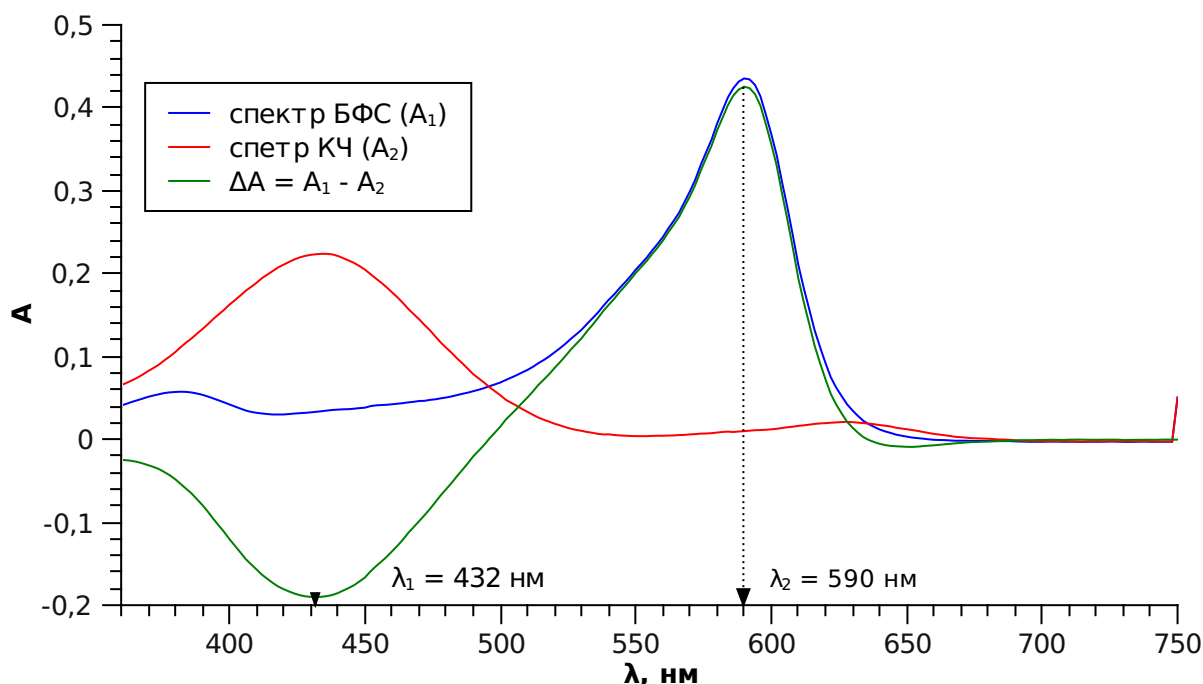


Рис. 1: Спектри світлопоглинання БФС та КЧ з $C_{\text{БФС}} = C_{\text{КЧ}} = 5,00$ мг/л та різниці $\Delta A(\lambda) = A_1(\lambda) - A_2(\lambda)$. $l = 1,0$ см, спектрофотометр – «UNICO 2800»

Порядок виконання роботи

I. Вибір робочих довжин хвиль.

В дві мірні колби вносять аліквотну частину розчинів барвників (по 2,50 мл), доводять до риски дистильованою водою і перемішують. Реєструють спектри поглинання розчинів барвників в діапазоні довжин хвиль 400 – 650 нм. Результати заносять до табл. 2 та представляють у графічній формі $A-f(\lambda)$.

Розраховують $\Delta A = A_A - A_B$ для кожної λ , нм, результати заносять до табл. 2 та представляють у графічній формі $\Delta A-f(\lambda)$. Обирають робочі довжини хвиль λ_1 та λ_2 , що відповідають максимуму та мінімуму на кривій $\Delta A-f(\lambda)$. Спектри поглинання та крива різниці зображені на рис. 1.

II. Визначення питомих коефіцієнтів поглинання індивідуальних речовин при робочих довжинах хвиль λ_1 та λ_2 .

Готують дві серії розчинів індивідуальних барвників відповідно до табл. 3. Вимірюють оптичні густини розчинів кожної серії при λ_1 та λ_2 , заносять результати до табл. 3 та розраховують за формулою (1) для кожного барвника питомі коефіцієнти поглинання:

$$k_i = \frac{A_i}{C_i \cdot l}, \quad (1)$$

де C_i – концентрація барвника в розчині (мг/л), l – товщина кювети, см. Отримані значення обробляють, як описано в розділі Статистична обробка результатів визначення, одержують результати $k_A^{\lambda_1} = \bar{k} \pm \Delta k$, $k_A^{\lambda_2} = \bar{k} \pm \Delta k$, $k_B^{\lambda_1} = \bar{k} \pm \Delta k$, $k_B^{\lambda_2} = \bar{k} \pm \Delta k$ – таблиці 4, 5, 6, 7. Представляють їх в нормальному вигляді $k = (N \pm \Delta N) \cdot 10^n$ – табл. 8.

IV. Визначення концентрацій барвників у суміші.

Розчин задачі отримують у мірній колбі та доводять до риски водою. В чотири мірні колби відбирають аліквотні частини розчину (по 5,00 мл) і розбавляють до риски водою. Вимірюють оптичні густини

Табл. 3: Визначення питомих коефіцієнтів поглинання барвників при $\lambda_1 = 434$ нм та $\lambda_2 = 590$ нм. $l = 1,0$ см, спектрофотометр — «ЮНИКО 1201».

№	$V_{\text{БФС}}$, мл	$C_{\text{БФС}}$, мг/мл	А, відн. од.		$k_{\text{БФС}}$	
			λ_1 , нм	λ_2 , нм	λ_1 , нм	λ_2 , нм
1	1,00	2,00	0,001	0,164	0,00050	0,0820
2	2,00	5,00	0,038	0,386	0,00760	0,0772
3	2,50	8,00	0,055	0,639	0,00688	0,0799
4	5,00	10,00	0,056	0,830	0,00560	0,0830

№	$V_{\text{КЧ}}$, мл	$C_{\text{КЧ}}$, мг/мл	А, відн. од.		$k_{\text{КЧ}}$	
			λ_1 , нм	λ_2 , нм	λ_1 , нм	λ_2 , нм
1	1,00	2,00	0,078	-0,001	0,0390	-0,0005
2	2,00	5,00	0,218	-0,005	0,0436	-0,0010
3	2,50	8,00	0,335	-0,005	0,0419	-0,0006
4	5,00	10,00	0,440	-0,002	0,0440	-0,0002

Табл. 4: Статистична обробка коефіцієнту поглинання при $\lambda = 434$ нм; $l = 1,0$; $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ для БФС

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
0,0005 0,0056 0,0068 0,0076	$5,2 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	0,0014	0,28	0,00070	$2,6 \cdot 10^{-3}$

Табл. 5: Статистична обробка коефіцієнту поглинання при $\lambda = 590$ нм; $l = 1,0$; $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ для БФС

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
0,0772 0,0799 0,0820 0,0830	$8,05 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-6}$	0,0014	0,018	0,00072	$2,27 \cdot 10^{-3}$

Табл. 6: Статистична обробка коефіцієнту поглинання при $\lambda = 434$ нм; $l = 1,0$; $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ для КЧ

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
0,0390 0,0419 0,0436 0,0440	$4,21 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-6}$	0,0010	0,026	0,00054	$1,72 \cdot 10^{-3}$

Табл. 7: Статистична обробка коефіцієнту поглинання при $\lambda = 590$ нм; $l = 1,0$; $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ для КЧ

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
-0,0010 -0,0006 -0,0005 -0,0002	$-5,8 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-8}$	0,0002	-0,4	0,0002	$3,4 \cdot 10^{-4}$

Табл. 8: Коефіцієнти поглинання у нормальному вигляді

$k_{\text{БФС}}^{434}$	$k_{\text{БФС}}^{590}$	$k_{\text{КЧ}}^{434}$	$k_{\text{КЧ}}^{590}$
$5,2 \cdot 10^{-3} \pm 2,6 \cdot 10^{-3}$	$8,05 \cdot 10^{-2} \pm 2,27 \cdot 10^{-3}$	$4,21 \cdot 10^{-2} \pm 1,72 \cdot 10^{-3}$	$-5,8 \cdot 10^{-4} \pm 3,4 \cdot 10^{-4}$

Табл. 9: Результати визначення барвників у суміші. $l = 1,0$ см, спектрофотометр — «ЮНИКО 1201».

№	A, відн. од.		C, мг/мл		m, мг	
	λ_1	λ_2	БФС	КЧ	БФС	КЧ
1	0,632	1,256	15,7	13,1	1,96	1,64
2	0,617	1,260	15,7	12,7	1,96	1,59
3	0,609	1,280	16,0	12,5	2,00	1,56
4	0,596	1,346	16,8	12,1	2,10	1,51

Табл. 10: Статистична обробка маси БФС у задачі: $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
1,96	2,005	0,003	0,06	0,028	0,028	0,0872
1,96						
2,00						
2,10						

розчину при λ_1 та λ_2 . Результати заносять до табл. 9. Концентрації барвників у суміші розраховують, розв'язуючи систему рівнянь (2) та (3).

$$\begin{cases} A^{\lambda_1} = k_A^{\lambda_1} \cdot C_A \cdot l + k_B^{\lambda_1} \cdot C_B \cdot l \\ A^{\lambda_2} = k_A^{\lambda_2} \cdot C_A \cdot l + k_B^{\lambda_2} \cdot C_B \cdot l \end{cases} \quad (2)$$

$$(3)$$

Розраховують вміст барвників у розчині задачі (m_i , мг) за формулою:

$$m_i = C_i \cdot 0,025 \cdot V_{\text{зад}}/V_a, \quad (4)$$

де $V_{\text{зад}}$ — об'єм розчину задачі, мл (25,0 мл), V_a — об'єм аліквоти, мл (5,00 мл). Результати розрахунків заносять до табл. 9. Отримані дані обробляють, як зазначено в розділі Статистична обробка результатів визначення. Результати отримують у формі: C , мг/мл = $C \pm \Delta C$.

Висновок

Визначення концентрації методом двохвильової фотометрії є досить точним ($\varepsilon_{\text{БФС}} = 4,4\%$ та $\varepsilon_{\text{КЧ}} = 3,8\%$) і зручним методом для визначення двох компонентів які не взаємодіють. Маса бромфенолового синього у задачі становить $2,00 \pm 8,72 \cdot 10^{-2}$ мг, маса крезолового червоного — $1,58 \pm 5,97 \cdot 10^{-2}$ мг. Теоретична маса компонентів: БФС — 2,25 мг, КЧ — 1,25 мг. Похибка відносно теоретичного: $\varepsilon_{\text{БФС}}^{\text{теор.}} = 13,9\%$ та $\varepsilon_{\text{КЧ}}^{\text{теор.}} = 26,4\%$.

Література

- [1] Лурье Ю. Ю. — Справочник по аналитической химии: Справ. изд. - 6-е изд., перераб. и доп., — М. Химия, 1989. — 448 с.: ил.

Табл. 11: Статистична обробка маси КЧ у задачі: $n = 4$; $P = 0,95$; $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$

x	\bar{x}	S^2	S	S_r	S_x	Δx
1,51	1,575	0,002	0,038	0,024	0,018	0,0597
1,56						
1,59						
1,64						