

Лабораторна робота №2

Визначення спектрофотометричних характеристик реагенту,
вибір оптимальної довжини хвилі для фотометричного
визначення елемента.

Варіант 1: Система Ва(II)—Арсеназо III.

Ульяницький Олександр

10 червня 2010 р.

Мета роботи

Визначити спектрофотометричні характеристики реагенту та вибрати оптимальну довжину хвилі для фотометричного визначення елемента.

Завдання

Для системи Ва(II)—Арсеназо III приготувати розчини реагенту за відсутності та у присутності іонів металу (при різному вмісті) в оптимальних умовах комплексоутворення в розчині. Зареєструвати спектри поглинання отриманих розчинів та побудувати всі отримані спектри на одному малюнку. Визначити та вказати на графіку:

- λ_{max} поглинання реагенту (λ_{max}^R),
- λ_{max} поглинання комплексу (λ_{max}^{MR}).

Оцінити величину:

- контрастності реакції за участю фотометричного реагенту: $\Delta\lambda = \lambda_{max}^{MR} - \lambda_{max}^R$
- молярного коефіцієнта поглинання комплексу (ε^{MR}) в максимумі поглинання комплексу (λ_{max}^{MR})
- молярного коефіцієнта поглинання реагенту (ε^R) в максимумі поглинання комплексу (λ_{max}^R)
- ступінь накладання смуг реагенту та комплексу в максимумі поглинання комплексу ($\varepsilon^{MR}/\varepsilon^R$)
- чутливості фотометричного реагенту.

Необхідні розчини

1. Розчин Ва(II) з концентрацією $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л.
2. Розчин Арсеназо III з концентрацією $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л.
3. Ацетатний буферний розчин з рН = 6,0 (51,0 мл 0,2 моль/л HAc і 49,0 мл 0,2 моль/л $NH_3 \cdot H_2O$ на кожні 100 мл буферного розчину).

Табл. 1: Теоретичні відомості

Назва і структурна формула реагенту	Оптимальні умови (рН, органічний реагент)	λ_{max}^{HR} , нм	λ_{max}^{MR} , нм	$\Delta\lambda$, нм	ε^{MR}	ε^{HR}
Арсеназо III	рН 5,8–6,2	550	655	105	$5,0 \cdot 10^3$	$1,0 \cdot 10^4$

Табл. 2: Приготування розчинів

№ р-ну	$V_{Ba(II)}$, мл	$V_{\text{Арсеназо III}}$, мл	$C_{Ba(II)}$, моль/л	$C_{\text{Арсеназо III}}$, моль/л	$C_{Ba(II)} : C_{\text{Арсеназо III}}$
1	0,00	2,50	0,0	$1,0 \cdot 10^{-4}$	—
2	0,25	2,50	$5,0 \cdot 10^{-6}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	1:20
3	2,50	2,50	$5,0 \cdot 10^{-5}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	1:2

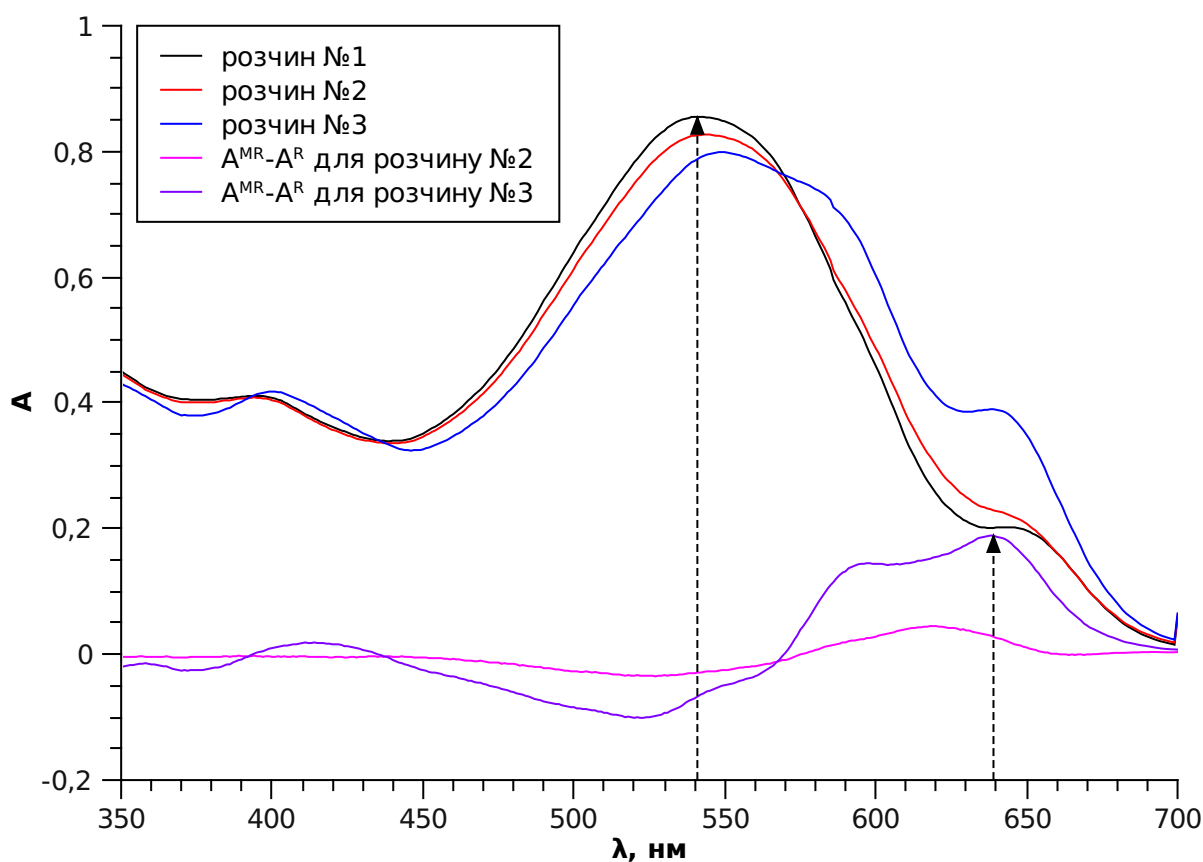


Рис. 1: Спектри поглинання розчину Арсеназо III (розчин №1), що містить різну кількість $Ba(II)$ (розчини №2, 3). $pH = 6,0$. $C_{\text{ArsIII}} = 1,0 \cdot 10^{-4}$ моль/л; $C_{Ba(II)}$ моль/л = $5,0 \cdot 10^{-6}$ (2); $5,0 \cdot 10^{-5}$ (3). $l = 1,0$ см

Посуд

1. Мірні колби на 25,0 мл, 3 шт.
2. Піпетки з поділками ємністю 1,00, 2,00, 5,00 мл та 10,00 мл.
3. Кварцеві кювети з $l = 1,0$ см (2 шт).

Прилади

1. Спектрофотометр «Unico 2800».

Порядок виконання роботи

В мірні колби на 25 мл вношу обов'язково дотримуючись порядку зливання розчинів реактиви: розчин $Ba(II)$ (0,00; 0,25; та 2,50 мл), по 2,50 мл розчину Арсеназо III, по 4,0 мл буферного розчину, доводжу дистильованою водою до риски. Результати розрахунків заносять у таблицю (Табл. 2).

Через 15 хв. вимірюють спектри поглинання розчинів (розчин порівняння містить усі компоненти, окрім металу та реагенту) у видимій області спектру (Рис. 1).

Отримані дані представляю у вигляді таблиць 3 та 4.

Табл. 3: Результати визначення спектрофотометричних характеристик Арсеназо III

№	V, мл		C, моль/л		$C_{MR} : C_R$	λ_{max}^R , нм	λ_{max}^{MR} , нм	$\Delta\lambda$, нм
	M	R	$C_M \cdot 10^6$	$C_R \cdot 10^4$				
1	0,0	2,50	0,0	1,0	—			
2	0,25	2,50	5,0	1,0	1:2	540	647	107
3	2,50	2,50	50,0	1,0	1:20			

Табл. 4: Результати визначення спектрофотометричних характеристик Арсеназо III (продовження) при $\lambda_{max}^{MR} = 540$ нм

ε^{MR} , л · см ⁻¹ · моль ⁻¹	ε^R , л · см ⁻¹ · моль ⁻¹	$\varepsilon^{MR} - \varepsilon^R$, л · см ⁻¹ · моль ⁻¹	$\varepsilon^{MR}/\varepsilon^R$
7380	1980	5400	3,727

Розрахунки

Контрастність реакції за участю фотометричного реагенту:

$$\Delta\lambda = \lambda_{max}^{MR} - \lambda_{max}^R = 647 - 540 = 107 \text{ (нм)}$$

Молярний коефіцієнт поглинання комплексу (ε^{MR}) в максимумі поглинання комплексу (λ_{max}^{MR}):

$$\varepsilon^{MR} = A_{max}^{MR}/(l \cdot C^{MR}) = 0,369/(1 \cdot 5,0 \cdot 10^{-5}) = 7380 \text{ (л · см}^{-1} \cdot \text{моль}^{-1}\text{)}$$

Молярний коефіцієнт поглинання реагенту (ε^R) в максимумі поглинання комплексу (λ_{max}^R):

$$\varepsilon^R = A^R/(l \cdot C^R) = 0,198/(1 \cdot 10^{-4}) = 1980 \text{ (л · см}^{-1} \cdot \text{моль}^{-1}\text{)}$$

Ступінь накладання смуг реагенту та комплексу в максимумі поглинання комплексу:

$$\varepsilon^{MR}/\varepsilon^R = 7380/1980 = 3,727$$

Чутливість фотометричного реагенту:

$$\varepsilon^{MR} - \varepsilon^R = 7380 - 1980 = 5400 \text{ (л · см}^{-1} \cdot \text{моль}^{-1}\text{)}$$

Висновок

Оптимальна довжина хвилі для фотометричного визначення Ba^{2+} : $\lambda = 655$ нм. Контрастність реакції за участю Арсеназо III складає $\Delta\lambda = 107$ нм, що набагато більше 30 нм, при цьому значенні перекривання хвиль реагенту та комплексу буде найменшою. Про це свідчить ступінь накладання смуг $\varepsilon^{MR}/\varepsilon^R = 3,727$. Молярні коефіцієнти комплексу та реагенту складають відповідно $\varepsilon^{MR} = 7380$ л · см⁻¹ · моль⁻¹, $\varepsilon^R = 1980$ л · см⁻¹ · моль⁻¹, а чутливість Арсеназо III як фотометричного реагенту складає $\varepsilon^{MR} - \varepsilon^R = 5400$ л · см⁻¹ · моль⁻¹, що свідчить про придатність даного реагенту до фотометричного визначення $Ba(II)$.