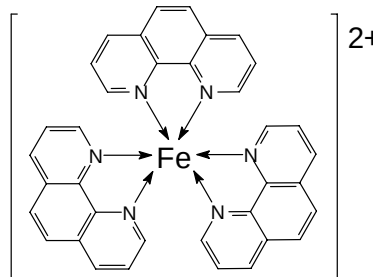


ĆW. 4. WYZNACZANIE MAKSYMUM ABSORBANCJI DLA KOMPLEKSU Fe^{2+} Z o-FENANTROLINĄ.

ZASADA OZNACZENIA:

Wartość absorpcji promieniowania zależy od długości fali. Zwykle pomiarów spektrofotometrycznych dokonuje się przy długości fali odpowiadającej maksimum absorpcji badanego związku. W niektórych przypadkach pomiarów dokonuje się przy długości fali, której odpowiada maksymalna różnica pomiędzy absorpcją oznaczanego kompleksu i absorpcją stosowanych odczynników (absorbancją ślepej próby). Celem ćwiczenia jest wykreślenie widma absorpcji i wyznaczenie analitycznej długości fali kompleksu chelatowego Fe^{2+} z o-fenantroliną, czyli długości fali przy której dokonuje się pomiarów spektrofotometrycznych tego kompleksu.

Jony Fe^{2+} z 1,10-fenantroliną tworzą pomarańczowoczerwony kompleks, trwały przy pH 2 do 9. Reakcję przeprowadza się w środowisku buforu cytrynianowego.



Przed dodaniem 1,10-fenantroliny należy zredukować Fe^{3+} do Fe^{2+} za pomocą hydroksyloaminy. Redukuje ona kationy Fe^{3+} na zimno w ciągu kilku minut.

ODCZYNNIKI I ROZTWORY:

- 1.** Roztwór podstawowy Fe^{2+} $c = 0,1 \text{ mg Fe/cm}^3$.
- 2.** 0,25% roztwór o-fenantroliny w HCl. Naważkę 0,25g o-fenatroliny rozpuszczamy w $91,5 \text{ cm}^3$ wody dest. z dodatkiem $8,5 \text{ cm}^3$ stęż. HCl o $d=1,19 \text{ kg/dm}^3$. (przechowywać w ciemnej butelce).
- 3.** 10% roztwór wodny cytrynianu sodowego. Naważkę 10 g cytrynianu sodowego rozpuścić w 90 cm^3 wody dest.
- 4.** 10% r-r chlorowodorku hydroksyloaminy. Naważkę 10 g chlorowodorku hydroksyloaminy rozpuścić w 90 cm^3 wody dest. (**świeżo przygotowany**)

SPRZĘT:

- 1.** Spektrofotometr obejmujący długość fali: 400 - 600 nm.
- 2.** 3 kuwety grubość 1 cm.
- 3.** Kolbki miarowe o poj. 50 cm^3 .
- 4.** Mikrobiureta o poj. 2 cm^3 .
- 5.** Zlewka o poj. 200 cm^3 .
- 6.** Pipeta miarowa o poj. 2 cm^3 .
- 7.** Dwie pipety miarowe o poj. 5 cm^3 .

WYKONANIE ĆWICZENIA :

- 1.** Włączyć spektrofotometr i odczekać 15 min. do nagrzania aparatu.
- 2.** Wybrać opcję pomiaru absorbancji.
- 3.** Do 3 kolb miarowych o poj. 50 cm³ odmierzamy za pomocą mikrobiurety kolejno 0,00 cm³ (ślepa próba); 0,60 cm³ i 1,00 cm³ podstawowego roztworu Fe.
Następnie za pomocą pipety do wszystkich kolb dodajemy kolejno po 2 cm³ 10% r-ru chlorowodoru hydroksyloaminy, po chwili 5 cm³ 10% r-ru cytrynianu sodowego i po 5 cm³ 0,25% roztworu o-fenantroliny, kolbki uzupełniamy wodą dest. do kreski. pH roztworów powinno wynosić 3-4. Tak przygotowane r-ry zawierają odpowiednio: 0,0 ; 1,2 ; 2,0 µg Fe²⁺/cm³.
- 4.** Ustawiamy długość fali $\lambda = 430$ nm.
- 5.** Do spektrofotometru wstawiamy kuwetę zawierającą ślepa próbę, wprowadzamy ją w bieg promieni i ustawiamy wskazanie absorbancji 0,000.
- 6.** Następnie wstawiamy kuwetę z roztworem zawierającym 2,0 µg Fe²⁺/cm³, wsuwamy ją w bieg promieni i odczytujemy wskazanie absorbancji notując je w dzienniku ćwiczeń, w tabelce.
- 7.** Zwiększamy długość fali o 10 nm, ustawiamy wskazanie absorbancji 0,000 dla ślepej próby, mierzymy i notujemy wartość absorbancji badanego roztworu. Pomiary prowadzimy w opisany wyżej sposób w zakresie 430 – 600 nm, dokonując odczytów co 10 nm.
- 8.** Analogicznie postępujemy z roztworem zawierającym 1,2 µg Fe/cm³.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

- 1.** W arkuszu kalkulacyjnym wykreślić krzywą absorpcji (widmo absorbcyjne) dla kompleksu Fe²⁺ z o-fenantroliną, w układzie $A = f(\lambda)$, umieszczając na jednym wykresie widma obu badanych roztworów.
- 2.** Wyznaczyć z wykresu długość fali odpowiadającą maksimum absorbancji.