

# Niedoceniony spektrofotometr

Kinga Porębska, Zuzanna Aurast, Milena Wilbrandt, Justyna Kierzenkowska, ZS UMK GiLA  
opiekun mgr Małgorzata Augustynowicz-Kłyszewska

## 1. Do czego służy spektrofotometr?

**Spektrofotometr** to urządzenie służące do pomiaru absorbancji, czyli zdolności do pochłaniania światła o danej długości fali przez substancje barwne lub ich roztwory. Zgodnie z prawem Lamberta-Beera ilość pochłoniętego promieniowania jest wprost proporcjonalna do stężenia roztworu oraz grubości warstwy, przez którą przenika światło. Zależność tę wyraża poniższy wzór:

$$A = \epsilon \cdot c \cdot l$$

gdzie A- absorbancja, c- stężenie molowe [ $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ], l- szerokość kuwety [cm],  $\epsilon$ - molowy współczynnik absorpcji [ $\text{dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ] (parametr charakterystyczny dla danej substancji).

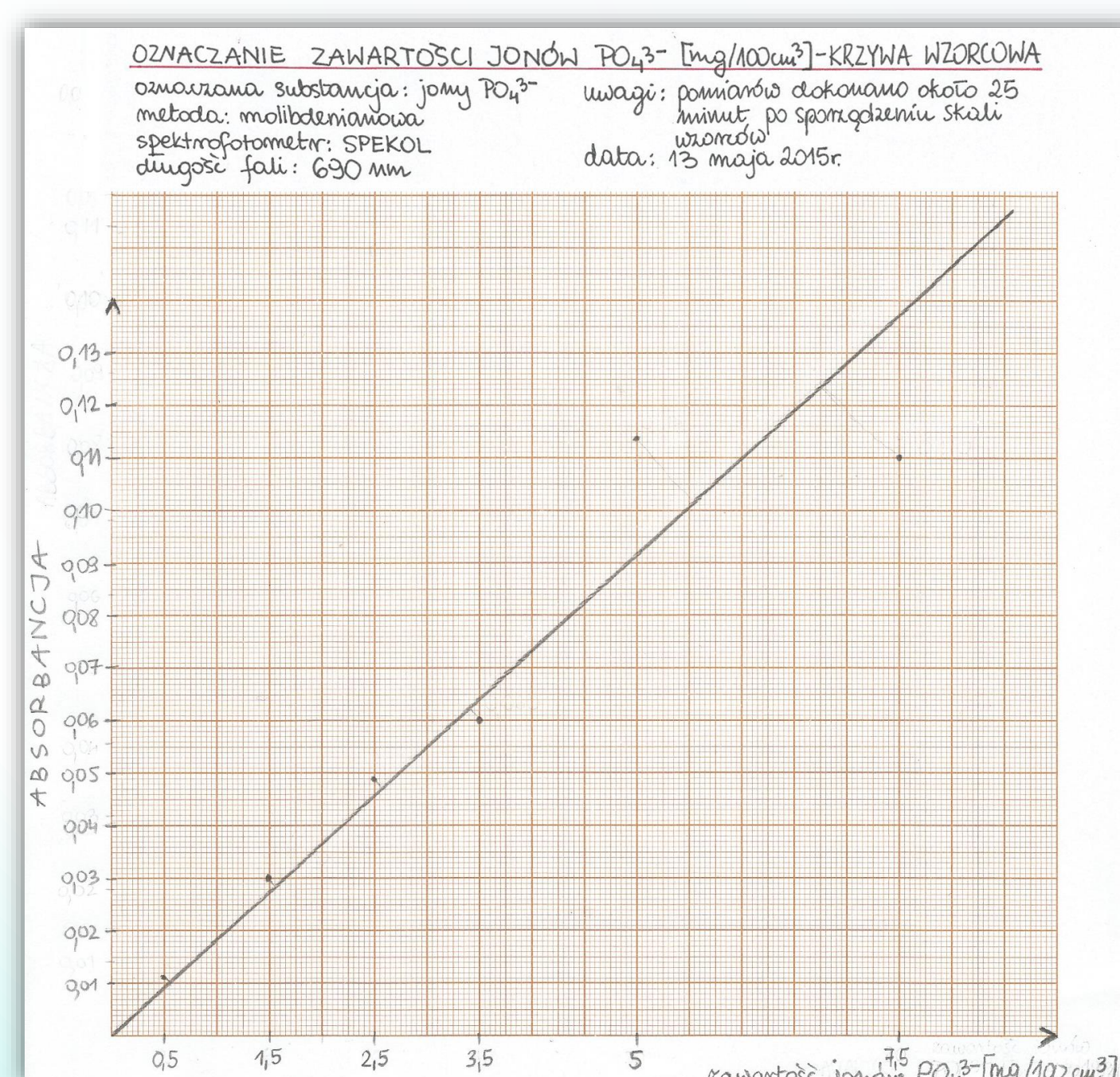
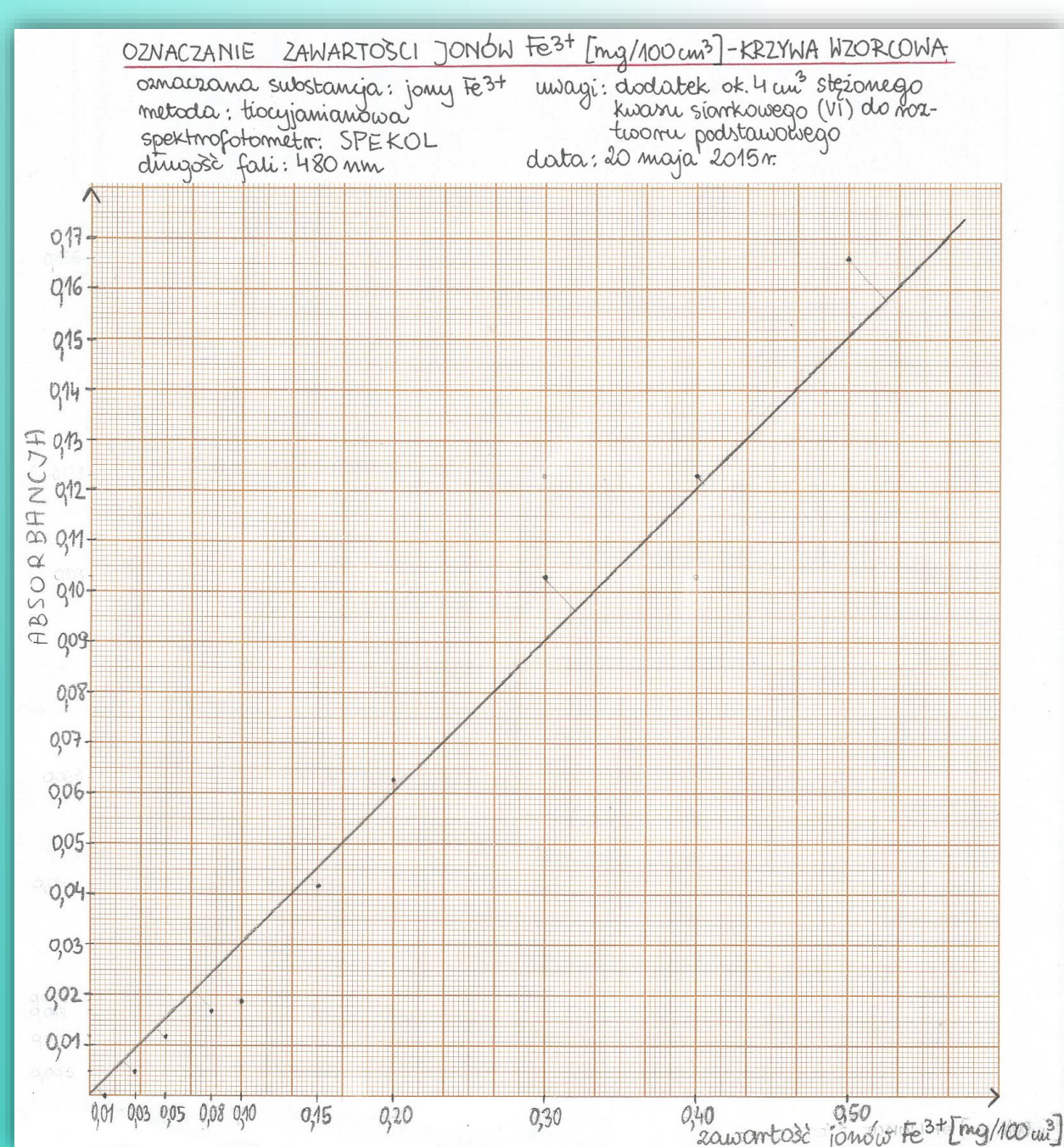
W laboratorium pomiary spektrofotometryczne są wykorzystywane do analizy ilościowej (np. metoda krzywej wzorcowej, miareczkowanie spektrofotometryczne). W ten sposób wyznacza się także stałe dysocjacji kwasów i zasad czy skład i stałe trwałości związków kompleksowych.

My, w naszych zabawach ze spektrofotometrem, postanowiliśmy zająć się oznaczaniem i porównaniem zawartości jonów  $\text{Fe}^{3+}$  i  $\text{PO}_4^{3-}$  w próbkach wody z rzeki, jeziora i studni na podstawie krzywych wzorcowych oraz badaniem stałej protonowania czerwieni metylowej- problemem, którego dotyczyło jedno z zadań 61. Olimpiady Chemicznej.

## 2. Oznaczanie stężenia jonów $\text{Fe}^{3+}$ oraz jonów $\text{PO}_4^{3-}$ metodą krzywej wzorcowej

Do oznaczania stężenia jonów  $\text{Fe}^{3+}$  wybraliśmy popularną metodę tycyjaniową. Przygotowaliśmy serię 10 wzorców oraz próbę ślepą. Powstające związki kompleksowe zabarwiły roztwory na czerwono. Kolejnym krokiem było określenie długości fali, przy której absorbancja roztworów będzie największa, aby wykorzystać ją w pomiarach dla krzywej wzorcowej. Dla roztworu z kolby oznaczonej numerem 8 maksimum absorpcji występowało przy długości fali równej 480 nm. Taką samą wartość podaje zazwyczaj literatura.

Postępując podobnie, opracowaliśmy krzywą wzorcową dla jonów ortofosforanowych. Do tego celu posłużyła nam metoda molibdenianowa. Dodanie do roztworu roboczego heptamolibdenianu amonu spowodowało powstanie kwasu fosfomolibdenowego o barwie żółtej, który następnie poddałmy redukcji chlorkiem cyny (II) do tzw. błękitu molibdenowego o pięknej, intensywnie niebieskiej barwie. Pomiarów dokonywaliśmy przy długości fali 690 nm. Na podstawie wyników sporządziliśmy wykresy krzywych wzorcowych. Posłużyły nam one do oznaczenia zawartości jonów w badanych próbkach wody.

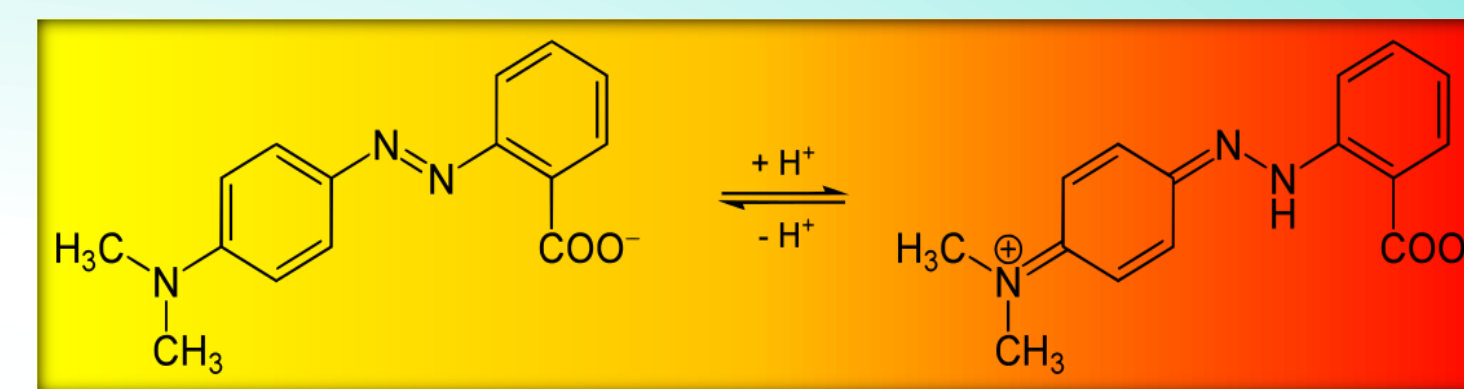


## 3. Wyniki analiz

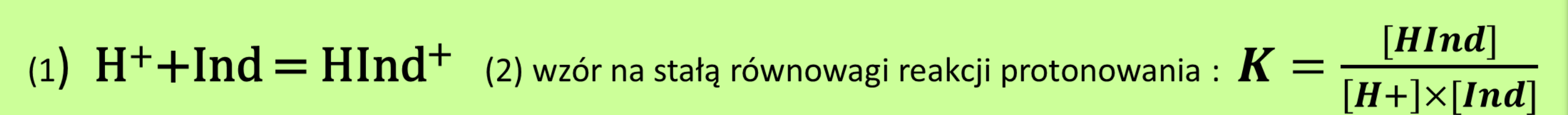


## 4. Wyznaczanie stałej protonowania wskaźnika alkacymetrycznego

- czerwieni metylowej



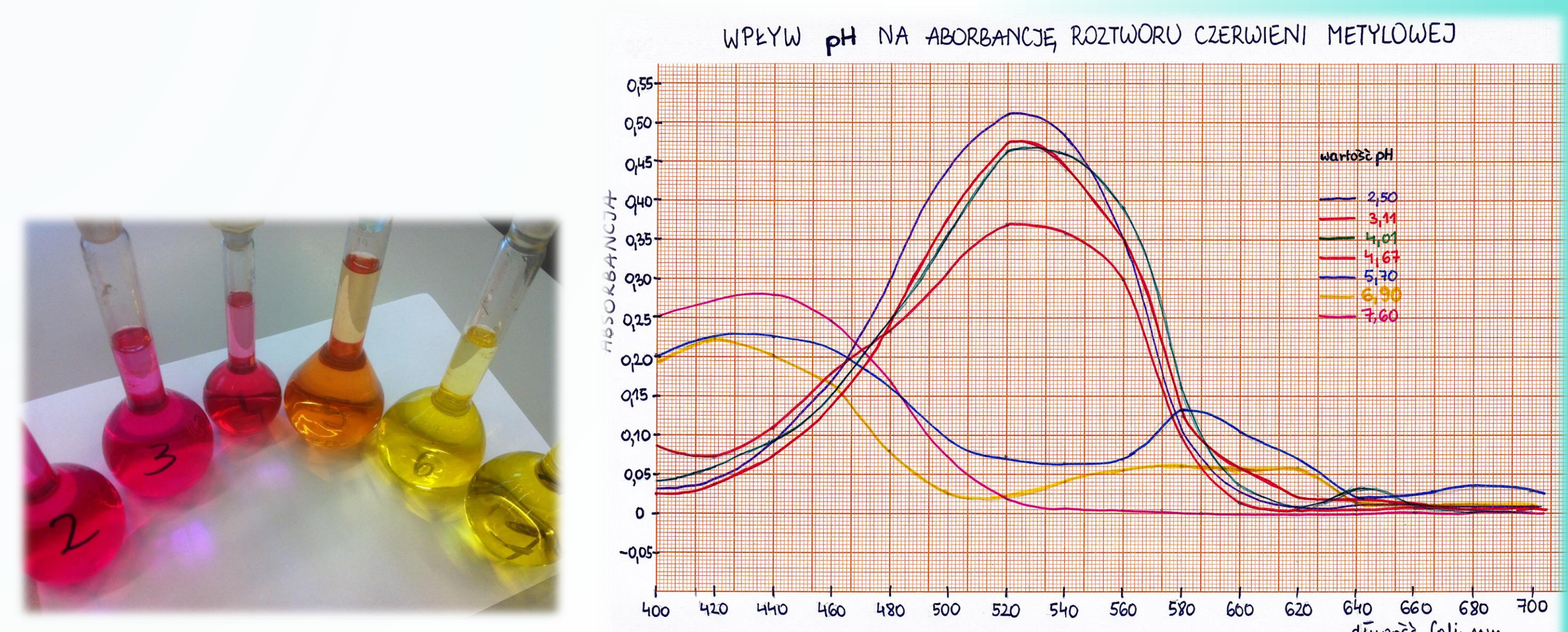
Znane wszystkim uczniom już od gimnazjum wskaźniki alkacymetryczne to substancje organiczne, zazwyczaj słabe kwasy, których formy kwasowa i zasadowa różnią się barwą. Jednym z nich jest czerwień metylowa. W kwasach przyjmuje ona barwę czerwoną, a w zasadach żółtą. Równanie reakcji protonowania (czyli przyłączenia atomu wodoru) czerwieni metylowej można schematycznie przedstawić tak:



Obliczenia na podstawie odpowiednich pomiarów spektrofotometrycznych pozwalają wyznaczyć wartość stałej równowagi takiej reakcji. W pewnym zakresie pH w roztworze czerwieni metylowej obecne są bowiem w różnym stosunku obie jej formy. Wówczas, zgodnie z prawem addytywności absorbancji, absorbancja roztworu jest sumą absorbancji wynikających z obecności formy kwasowej i formy zasadowej.

$$(3) A = A_{\text{HInd}} + A_{\text{Ind}}$$

Aby wyznaczyć stałą równowagi reakcji protonowania, uwzględniając zakres zmiany barwy czerwieni metylowej (4,2-6,3), przygotowaliśmy siedem roztworów buforowych, których dokładne pH skontrolowaliśmy pehametrem przed dodaniem wskaźnika. Wyniki naszych pomiarów prezentuje poniższy wykres:



Przekształcając wzór na stałą równowagi reakcji protonowania, otrzymuje się zależność (4), którą dalej, wykorzystując prawo addytywności absorbancji, da się sprowadzić do postaci (5):

$$(4) \log K = \log \frac{[\text{HInd}]}{[\text{Ind}]} + \text{pH} \quad (5) \log K = \log \frac{A_{\text{Ind}} - A}{A - A_{\text{HInd}}} + \text{pH}$$

| pH   | A, 520 nm | logK   | K                   |
|------|-----------|--------|---------------------|
| 2,5  | 0,520     |        |                     |
| 3,11 | 0,454     | 3,9249 | $8,4120 \cdot 10^3$ |
| 4,01 | 0,464     | 4,9063 | $8,0593 \cdot 10^4$ |
| 4,67 | 0,372     | 5,0426 | $1,1031 \cdot 10^5$ |
| 5,70 | 0,074     | 4,7582 | $5,7306 \cdot 10^4$ |
| 6,90 | 0,024     | 4,2045 | $1,6014 \cdot 10^4$ |
| 7,60 | 0,023     |        |                     |

### Wnioski:

- Wyznaczona na podstawie pomiarów stała protonowania jest zbliżona do wartości literaturowej
- Na wykresie można zauważyć, że dla fali o długości ok. 470 nm krzywe przecinają się – ten punkt to punkt izobestyczny.
- Rozbieżności wyników wynikają z naszych jeszcze niedoskonałych umiejętności laboratoryjnych ;)

## 5. Czego się nauczyliśmy?

- Uważnie czytać instrukcje i systematycznie zapisywać dane.
  - Przygotowywać serię wzorców.
  - Obsługiwać spektrofotometr.
- Wyznaczać pomiarową długość fali
- Rysować krzywe wzorcowe i oznaczać stężenia jonów
  - Sporządzać roztwory buforowe.
- Wykorzystywać pomiary spektrofotometryczne do obliczeń chemicznych.
  - Wyznaczać stałą dysocjacji wskaźnika