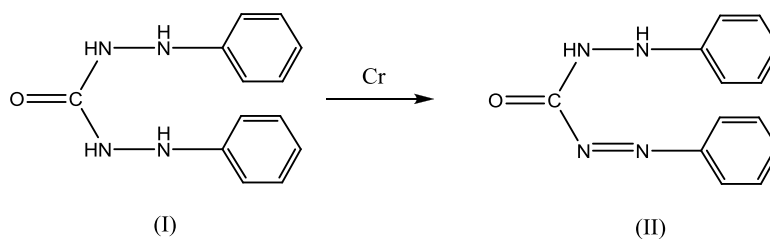


Oznaczenie Cr(VI) metodą difenylokarbazydową

Ćwiczenie jest przykładem zastosowania spektrofotometrii UV -Vis w analizie kompleksów metali. Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie Cr(VI) metodą krzywej kalibracyjnej.

Podstawą czulej kolorymetrycznej metody oznaczania chromu jest reakcja red-ox pomiędzy Cr(VI) i difenylokarbazydem. W środowisku kwaśnym Cr(VI) utlenia 1,5-difenylokarbazyd (I) do difenylokarbazonu (II), sam natomiast ulega redukcji do Cr(III). Elektrododatni kompleks Cr^{3+} z difenylokarbazonem (posiadający barwę fioletową), absorbuje promieniowanie elektromagnetyczne w zakresie widzialnym. Bezpośrednie zmieszanie roztworu Cr(III) z difenylokarbazonem nie prowadzi do utworzenia kompleksu o takim zabarwieniu. Prawdopodobnie w reakcję wchodzi jony Cr^{3+} *in statu nascendi*, nie hydratowanej jeszcze cząsteczkami wody.



Metodą difenylokarbazydową można uważać za specyficzną dla chromu (VI). Oznaczeniu przeszkadzają tylko większe ilości żelaza, wanadu, molibdenu, miedzi i rtęci, wielokrotnie przewyższające stężenie chromu w roztworze. Usuwa się je ekstrakcyjnie lub przez zamaskowanie.

Kwasowość badanego roztworu wywiera pewien wpływ na natężenie zabarwienia, dlatego też należy ją utrzymywać zawsze na tym samym poziomie.

Molowy współczynnik absorpcji barwnego produktu reakcji Cr(VI) z difenylokarbazydem wynosi 41700 przy $\lambda_{\text{max}} = 546\text{nm}$. Metoda ta jest ponad 100 razy bardziej czuła niż metoda chromianowa, w której wykorzystuje się barwność jonów $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ lub CrO_4^{2-} , jest stosowana zwłaszcza do oznaczania śladów chromu.

Wykonanie ćwiczenia

ODCZYNNIKI I APARATURA:

- Roztwór podstawowy Cr(VI): 0,01mg/ml – **1ml tego roztworu zawiera 0,01mg Cr(VI)**.
- Difenylkarbazyd (DFK) (świeżo przygotowany) – 0,25%-owy roztwór w acetonie.
- Roztwór H₂SO₄ o stężeniu 0,05 mol/dm³.
- Spektrokolorymetr typu SPEKOL i kuwety o grubości warstwy 1cm.

PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW WZORCOWYCH Cr(VI)

Do sześciu kolbek miarowych o poj. 50 ml odmierzyć pipetą: 0,0 (*ślepa próba*); 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 ml podstawowego roztworu Cr(VI).

Do każdej kolbki dodać 1 ml roztworu difenylkarbazydu (DFK), dopełnić roztwór do kreski kwasem siarkowym o stężeniu 0,05 mol/dm³ i wymieszać.

Tak przygotowane roztwory wzorcowe zawierają: **0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 µg Cr(VI) /ml**.

OZNACZENIE Cr(VI)

1. Otrzymany do analizy roztwór Cr(VI) (o nieznanym stężeniu) uzupełnić w kolbie miarowej wodą destylowaną.
2. Do kolbek o poj. 50 ml pobrać 3 równe próby (po 2ml) z roztworu do analizy, dodać 1ml DFK do każdej kolbki, dopełnić do kreski kwasem siarkowym i wymieszać.
3. Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych oraz 3 prób roztworu badanego przy $\lambda_{\max} = 546\text{nm}$, stosując ślepa próbę jako odnośnik.
4. Wykonać trzy serie pomiarowe.

Uwaga!

Termin trzy serie pomiarowe oznacza, że należy zmierzyć absorbancję wszystkich roztworów wzorcowych (począwszy od najniższego do najwyższego stężenia) a następnie wykonać pomiar dla roztworów analitu i czynności te powtórzyć w tej samej kolejności dwa razy.

Opracowanie wyników:

1. Wyniki należy przedstawić w tabelach, według wzorów zamieszczonych w dalszej części opisu ćwiczenia.
2. Z trzech równoległych serii pomiarowych obliczyć średnie wartości absorbancji dla roztworów wzorcowych i badanych.
3. Wykreślić krzywą kalibracyjną $A = f(c)$.
4. Korzystając z krzywej kalibracyjnej odczytać stężenie Cr(VI) dla każdej z trzech prób roztworu badanego.
5. Obliczyć zawartość Cr(VI) (μg) w otrzymanym od laboranta roztworze (korzystając ze średniej absorbancji każdej z trzech prób A, B, C roztworu badanego).

Uwaga!

Na podstawie stężenia odczytanego z krzywej wzorcowej, obliczyć zawartość Cr(VI) (μg) w 50ml próby. Następnie pamiętając, że do pomiarów absorbancji pobierano tylko 2ml analitu z kolbki o pojemności 50 ml, należy obliczyć zawartość Cr(VI) w roztworze otrzymanym od laboranta.