

# UV-Vis

## 15. Oznaczanie kwasu pikrynowego

Ćwiczenie jest przykładem zastosowania spektrofotometrii UV-Vis w analizie ilościowej związków organicznych. Celem ćwiczenia jest poznanie sposobu wyznaczania analitycznej długości fali oraz ilościowe oznaczenie kwasu pikrynowego metodą krzywej kalibracyjnej.

### **Odczynniki i aparatura:**

- Etanolewy roztwór kwasu pikrynowego o stężeniu 0,1 mg/ml
- Rozpuszczalnik – etanol

### **Wykonanie ćwiczenia:**

#### 1. PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW WZORCOWYCH KWASU PIKRYNOWEGO

Do 7 kolbek miarowych o poj. 10 ml przenieść kolejno: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 i 1,4 ml roztworu podstawowego kwasu pikrynowego o stężeniu 0,1 mg/ml, uzupełnić etanolem do kreski i wymieszać. Stężenia otrzymanych roztworów wynoszą odpowiednio: 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14  $\mu\text{g/ml}$ .

#### 2. WYZNACZANIE ANALITYCZNEJ DŁUGOŚCI FALI

Zmierzyć absorbancję roztworu kwasu pikrynowego o stężeniu 10  $\mu\text{g/ml}$ , w zakresie długości fali 340–400 nm co 5 nm, stosując etanol jako odnośnik.

Wykreślić krzywą absorpcji kwasu pikrynowego  $A = f(\lambda)$  i wyznaczyć  $\lambda_{\text{max}}$ .

#### 3. OZNACZENIE KWASU PIKRYNOWEGO

Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych przy  $\lambda_{\text{max}}$  (odnośnik-etanol).

Zmierzyć absorbancję próbek otrzymanych do analizy po ich uzupełnieniu alkoholem etylowym.

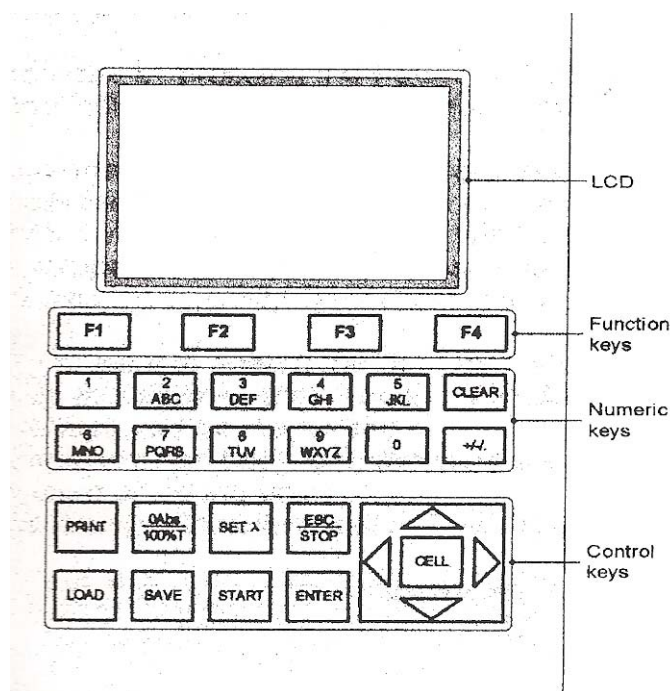
Wykonać trzy serie pomiarowe.

### **Opracowanie wyników:**

- 1) Wykreślić krzywą kalibracyjną  $A = f(c)$ .
- 2) Z krzywej kalibracyjnej odczytać stężenie kwasu pikrynowego w analizowanych próbkach ( $\mu\text{g/ml}$ ).
- 3) Znając rzeczywiste stężenie kwasu pikrynowego w próbce, obliczyć błąd procentowy oznaczenia.

## INSTRUKCJA OBSŁUGI SPEKTROFOTOMETRU CAMSPEC LTD MODEL M501

Po włączeniu spektrofotometru (główny przycisk z tyłu, po prawej stronie) następuje jego kalibracja, która trwa około **15 minut**. Należy przez ten czas pozostawić aparat do rozgrzania. Po upływie tego czasu, gdy na dole wyświetlacza pojawi się komunikat z zapytaniem czy przejść do długości fali 656,1 nm, należy wcisnąć przycisk ENTER. Przechodzimy w ten sposób do głównego menu aparatu.



### WYZNACZANIE ANALITYCZNEJ DŁUGOŚCI FALI

Z głównego menu aparatu wybrać polecenie **WL scan**, wciskając przycisk „3”.

#### ***Skonowanie próbki***

- wcisnąć przycisk **F1**,
- wpisać długość fali dla punktu początkowego **400nm** i końcowego **340nm**, w obu przypadkach zakończyć wpisywanie przyciskiem **ENTER**,
- wybrać krok skanowania **5nm** **ENTER**,
- wybrać szybkość skanowania (**MEDIUM**) przy użyciu przycisków: **<**, **>** **ENTER**,
- wcisnąć przyciski **F2** w celu wyboru trybu pomiaru **Abs** **ENTER**,
- do komory pomiarowej włożyć kuetę z odnośnikiem (etanol) w pozycję wiązki, zamknąć pokrywę pomiarową,
- wcisnąć przycisk **0Abs/T%** w celu skanowania linii podstawowej (zerowej),

- kuwetę z roztworem wzorcowym **10 µg/ml** umieścić w komorze pomiarowej w pozycję wiązki, zamknąć pokrywę i wcisnąć przycisk **START**
- po wykonaniu skanu wcisnąć przycisk **F3** i przy pomocy przycisków < i > wyszukać  $\lambda_{\max}$ ,

## ANALIZA ILOŚCIOWA

Z głównego menu aparatu wybrać polecenie **Quantitative**, wciskając przycisk „2”.

Wykreślić krzywą kalibracyjną przy użyciu standardów o znanym stężeniu:

- przy pomocy przycisku **F1** i przycisku > wybrać jednostki stężenia **µg/ml** potwierdzić wybór przyciskiem **ENTER**,
- przy pomocy przycisku **SET λ** wybrać metodę korekcji krzywej (**single**) wcisnąć **ENTER**
- wpisać wyznaczoną analityczną długość fali, wcisnąć **ENTER**,
- wcisnąć przycisk **F2** przechodzimy w ten sposób do trybu opisu parametrów,
- wcisnąć przycisk **F3** i wpisać stężenia standardów przy pomocy klawiatury, zatwierdzić przyciskiem **ENTER**; modyfikacji dokonuje się przyciskami < i >.
- wprowadzanie danych zakończyć wciskając przycisk **ESC/STOP**,
- do komory pomiarowej włożyć próbkę odnośnikową w pozycję wiązki i wyzerować ją wciskając przycisk **0Abs/T%**,
- w komorze pomiarowej umieszczać kolejno roztwory standardowe, pomiary uzyskuje się wciskając przycisk **START**,
- do komory pomiarowej włożyć próbki kwasu pikrynowego o nieznanym stężeniu (A, B), wcisnąć przycisk **START**,