

Ćw. 16 Badanie wpływu podstawienia pierścienia benzenowego i jonizacji na kształt widma w nadfiolecie

Ćwiczenie jest przykładem zastosowania spektrometrii UV-VIS w analizie jakościowej do charakterystyki związku chemicznego. Celem ćwiczenia jest wyjaśnienie przyczyn zaistniałych przesunięć pasm absorpcyjnych w widmach badanych substancji, oraz zmian w ich intensywności, poznanie obsługi i nabycie umiejętności rejestracji widm absorpcji za pomocą spektrofotometru UV-VIS.

Absorpcja promieniowania w zakresie UV-VIS, przez związki organiczne, związana jest z przejściami elektronów walencyjnych (σ , π) oraz elektronów wolnych par elektronowych (n) z odpowiednich orbitali wiążących na orbitale antywiązące. Na przebieg krzywej absorpcji danego związku wpływa przede wszystkim jego struktura chemiczna, czyli obecność grup funkcyjnych, które mogą absorbować promieniowanie elektromagnetyczne. Duży wpływ wywierają także takie czynniki jak: rodzaj rozpuszczalnika i pH roztworu. Podstawienie pierścienia benzenowego różnego rodzaju grupami funkcyjnymi powoduje zaburzenie jego energii stabilizacji, co objawia się przesunięciem pasm absorpcyjnych i zmianą molowego współczynnika absorpcji. Efekt tych zaburzeń zależy od rodzaju tych grup, ich liczby i miejsca przyłączenia do pierścienia benzenowego.

Odczynniki i aparatura:

- 0.01 mol/dm³ podstawowy roztwór fenolu w wodzie
- 0.005 mol/dm³ podstawowy roztwór p-nitrofenolu w wodzie
- 0,1M NaOH
- Spektrofotometr

Wykonanie ćwiczenia:

1. Przygotować dwa roztwory robocze fenolu o stężeniu 2×10^{-4} mol/dm³ w wodzie oraz w wodorotlenku sodu, przez rozcieńczenie 1cm³ roztworu podstawowego fenolu:
 - a) wodą destylowaną do objętości 50cm³
 - b) 5cm³ 0,1M NaOH i dopełnić do objętości 50cm³ wodą destylowaną

2. Przygotować dwa roztwory robocze p-nitrofenolu o stężeniu $5 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ w wodzie oraz w wodorotlenku sodu, przez rozcieńczenie 0.5 cm^3 roztworu podstawowego p-nitrofenolu

a) wodą destylowaną do objętości 50 cm^3

b) 5 cm^3 $0,1 \text{ M NaOH}$ i dopełnić do objętości 50 cm^3 wodą destylowaną

Opracowanie wyników:

1. Zinterpretować widma, wyznaczając λ_{max} oraz wartość absorbancji w λ_{max} .
2. Obliczyć molowe współczynniki absorpcji ϵ_{max} .
3. Uszeregować wyniki w tabeli wg wzoru:

analizowana substancja	Dane eksperymentalne		Dane literaturowe	
	λ_{max} [nm]	ϵ_{max} [$\text{dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$]	λ_{max} [nm]	ϵ_{max} [$\text{dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$]
$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$			270	1500
$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}$			287	2600
$\text{p-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{OH}$			317	9500
$\text{p-O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{O}$			400	18000

4. Nazwać obserwowane przesunięcia pasm i zmiany ich intensywności . Wyjaśnić przyczyny zaobserwowanych efektów i uzasadnić je za pomocą odpowiednich struktur rezonansowych badanych substancji.

INSTRUKCJA OBSŁUGI SPEKTROFOTOMETRU

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

Skanowanie próbki

- wcisnąć przycisk **F1**,
- wpisać długość fali dla punktu początkowego **450 nm** i końcowego **250 nm**, w obu przypadkach zakończyć wpisywanie przyciskiem **ENTER**,
- wybrać krok skanowania **1 nm** i wcisnąć **ENTER**,

- wybrać szybkość skanowania (**MEDIUM**) przy użyciu przycisków: <, > **ENTER**,
- wcisnąć przyciski **F2** w celu wyboru trybu pomiaru **Abs ENTER**,
- przyciskami \wedge zmienić skalę absorbancji (oś Y) na wartość min. 0.000 oraz max. 1.000
- do komory pomiarowej włożyć kuwetę z odnośnikiem (woda) w pozycję wiązki, zamknąć pokrywę pomiarową,
- wcisnąć przycisk **0Abs/T%** w celu skanowania linii podstawowej (zerowej),
- kuwetę z roztworem umieścić w komorze pomiarowej w pozycję wiązki, zamknąć pokrywę i wcisnąć przycisk **START**
- po wykonaniu skanu wcisnąć przycisk **F3** i przy pomocy przycisków < i > **oraz \wedge (aparatura sam wyszukuje maksimum to wskazanej w ćwiczeniu długości fali maksimum użyć należy < lub > wyszukać λ_{\max} , aby wykonać kolejne widmo należy nacisnąć przycisk ESC.**
- Po zmianie roztworu po raz kolejny uruchomić skanowanie widma przyciskiem **START**.