

## 20

**FLUORYMETRYCZNE OZNACZANIE  $Be(II)$  W POSTACI KOMPLEKSU Z MORYNĄ****Cel ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest wykonanie widma fluorescencyjnego kompleksu berylu z moryną oraz ilościowe oznaczenie  $Be(II)$  w otrzymanym do analizy roztworze.

**Odczynniki i aparatura**

- Roztwór roboczy – 0,1  $\mu\text{g } Be^{2+}/\text{ml}$
- 0,02 % roztwór alkoholowy moryny
- Bufor boranowy o  $pH$  12
- Spektrofluorymetr Jasco FP-6200

**Wykonanie ćwiczenia**

1. Korzystając z roztworu podstawowego  $Be(II)$  przygotować roztwory wzorcowe.

Roztwory badane są czteroskładnikowe i zawierają: roztwór podstawowy berylu, roztwór moryny, bufor boranowy oraz wodę zdeminalizowaną. W celu ich przygotowania należy do sześciu próbek o poj. 25 ml odmierzyć (w ml) wszystkie wymienione składniki w ilościach podanych w Tabela 1.

**Tabela 1** Sposób przygotowania ślepej próby oraz roztworów wzorcowych  $Be(II)$

Nr próby	Ślepa próba	wzorec				
	0	1	2	3	4	5
Odmierzany roztwór	Objętość odmierzanego roztworu [ml]					
Roztwór podstawowy $Be(II)$	0	1	2	4	6	8
0,02 % roztwór moryny	2	2	2	2	2	2
Bufor boranowy	2	2	2	2	2	2
Woda zdeminalizowana	21	20	19	17	15	13

2. Roztwory wymieszać i pozostawić na 12 minut.

Tak przygotowane roztwory zawierają kolejno: 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 i 0,8  $\mu\text{g } Be^{2+}$  w 25 ml roztworu.

3. W tym samym czasie, do otrzymanych od laboranta roztworów  $Be(II)$  o nieznanym stężeniu, dodać 2 ml 0,02 % roztworu moryny, 2 ml buforu boranowego. Probki uzupełnić do obj. 25 ml

Ćwiczenia laboratoryjne: Fluorymetria

wodą destylowaną i podobnie jak roztwory wzorcowe wymieszać i pozostawić na 12 minut (tabela 2).

**Tabela 2** Sposób przygotowania roztworów *Be(II)* o nieznanym stężeniu

	Roztwór badany <i>Be(II)</i>	0,02 % roztwór moryny	Bufor boranowy	Woda zdemineralizowane
Objętość odmierzanego składnika [ml]	Roztwór wydany przez laboranta w 25 ml kolbie miarowej	2	2	Uzupełnić kolbę do kreski

- Po upływie 12 minut zmierzyć intensywność fluorescencji  $I_F$  [FU] wszystkich przygotowanych roztworów zgodnie z instrukcją stanowiskową obsługi aparatu. Wykonać trzy serie pomiarowe.
- Wyniki pomiarów umieścić w tabeli wg wzoru:

		$I_F$ [FU]			$\bar{I}_F$ [FU]
		Seria 1	Seria 2	Seria 3	
Blank					
wzorzec	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
próbka	A				
	B				

**Opracowanie wyników**

- Wykreślić krzywą wzorcową w układzie  $I_F = f(c_{Be})$ , gdzie  $c_{Be} = \mu\text{g } Be(II)/25 \text{ ml roztworu}$ . Na podstawie sporządzonej krzywej kalibracyjnej odczytać stężenie jonów berylu w 25 ml analizowanych próbkach.
- Przeprowadzić analizę statystyczną wyników.
- Znając wartość rzeczywistą stężenia berylu obliczyć względny błąd pomiaru  $\Delta x$  [%]