

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

ТЕМА: Спектрофотометричне визначення константи кислотності кислотно-основного індикатора.

Метою роботи є спектрофотометричне визначення константи кислотності кислотно-основного індикатора на основі відмінності кольорів дисоційованої та недисоційованої форми слабкої органічної кислоти.

ОБЛАДНАННЯ:

- Вага аналітична «AXIS» з інструкцією користувача;
- Спектрофотометр Ulab 102UV з інструкцією користувача;
- рН-метр/ кондуктометр/ термометр/ОВП-метр лабораторний AZ-86505;

РЕАКТИВИ: дистильована вода, 0.04 М оцтова к-та; 0.04 М фосфатна к-та; 0.04 М борна к-та; 0.2 М розчин NaOH; бромкрезоловий зелений ($6,41 \cdot 10^{-4}$ М) та м-крезоловий фіолетовий ($6,41 \cdot 10^{-4}$ М).

ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Механізм зміни кольору бромкрезолового зеленого, як індикатора на рН - розчину, зв'язаний з електролітичною дисоціацією слабкої кислоти, тобто:



Константа дисоціації реакції виражається наступним рівнянням (2):

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad (2)$$

У кислих розчинах рівновага зміщується у бік недисоційованої форми HA (жовтий колір, Рис. 1), тоді як у лужних розчинах - у бік дисоційованої форми A⁻ (синій колір).

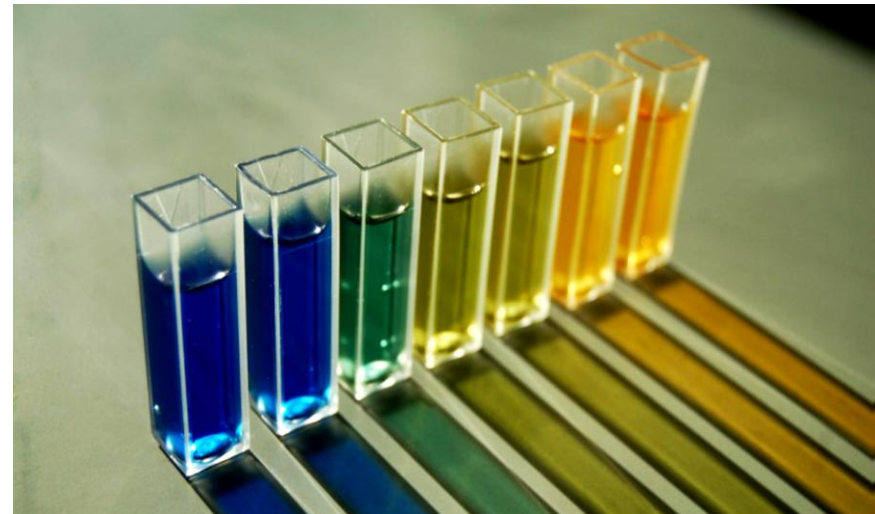
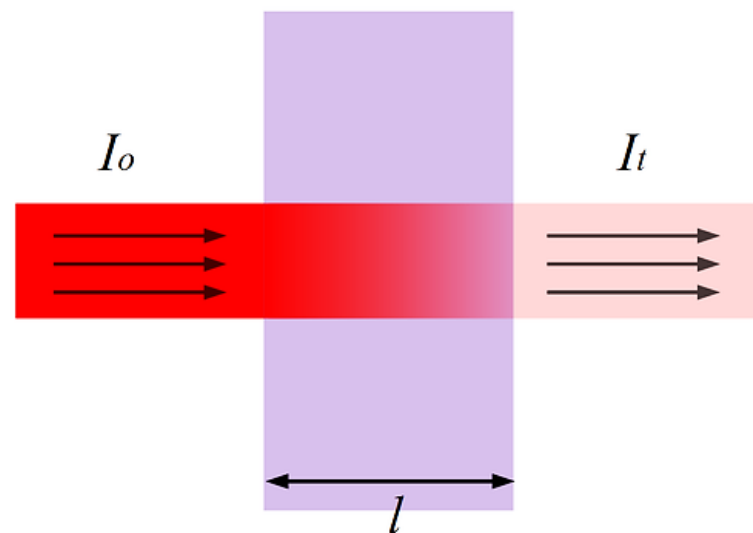


Рис 1.

Оптична густина (A) – є мірою поглинання випромінювання, що виражається, як відношення інтенсивності падаючого світла I_0 , до інтенсивності пропускнуго світла I , та розраховується за рівнянням (3):

$$A = \frac{I_0}{I} \quad (3)$$



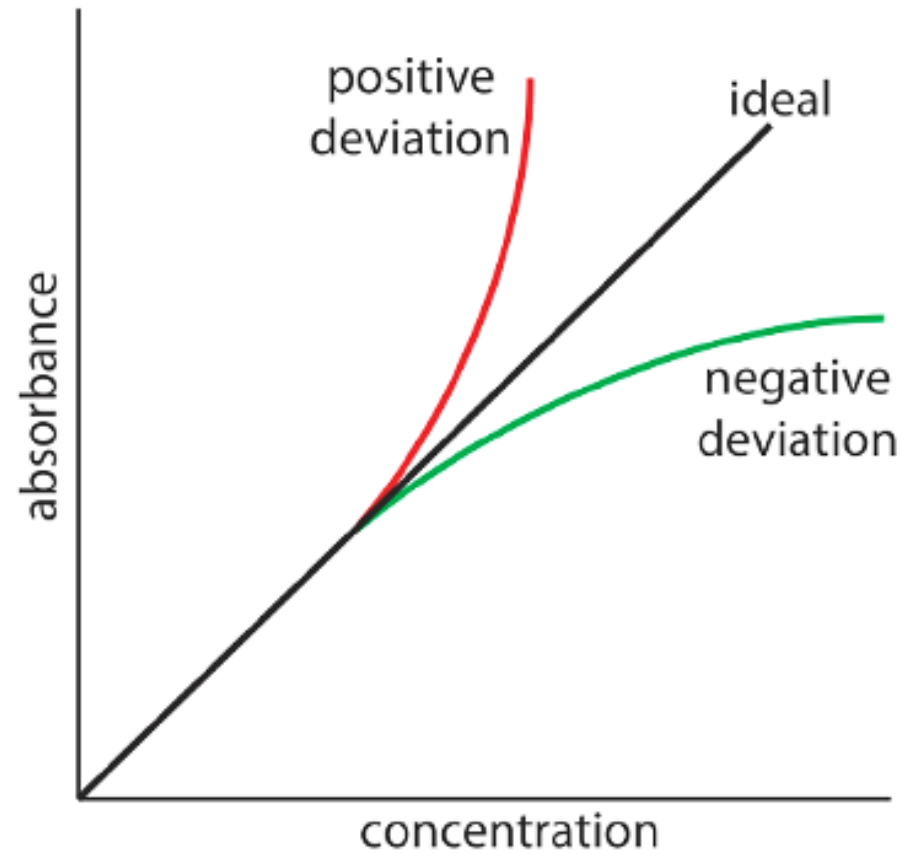
Відповідно до закону Бугера-Ламберта-Бера, величина оптичної густини A розчину пропорційна концентрації поглинаючої речовини c та товщині світлопоглинаючого шару розчину l :

$$A = \varepsilon \times l \times c \quad (4)$$

Коефіцієнт пропорційності ε – це молярний коефіцієнт світлопоглинання – визначається, як поглинання розчину з концентрацією 1М (моль/дм³) при товщині поглинаючого шару $l = 1$ см.

На практиці концентраційна залежність оптичної густини є лінійною лише до певної межі. Це значною мірою зумовлено наступними факторами:

- поглинаючі молекули розподіляються в непоглинаючому розчині таким чином, що їх поперечні перерізи не перекриваються, навіть при зміні концентрації розчину, товщини поглинаючого шару або температури;
- поглинаючі молекули не взаємодіють між собою, навіть при збільшенні концентрації розчину.



Для визначення константи кислотності кислотного-основного індикатора, припускається, що в рівновазі повинна бути лише одна кислотна форма індикатора (HIn) і одна основна форма (In^-):



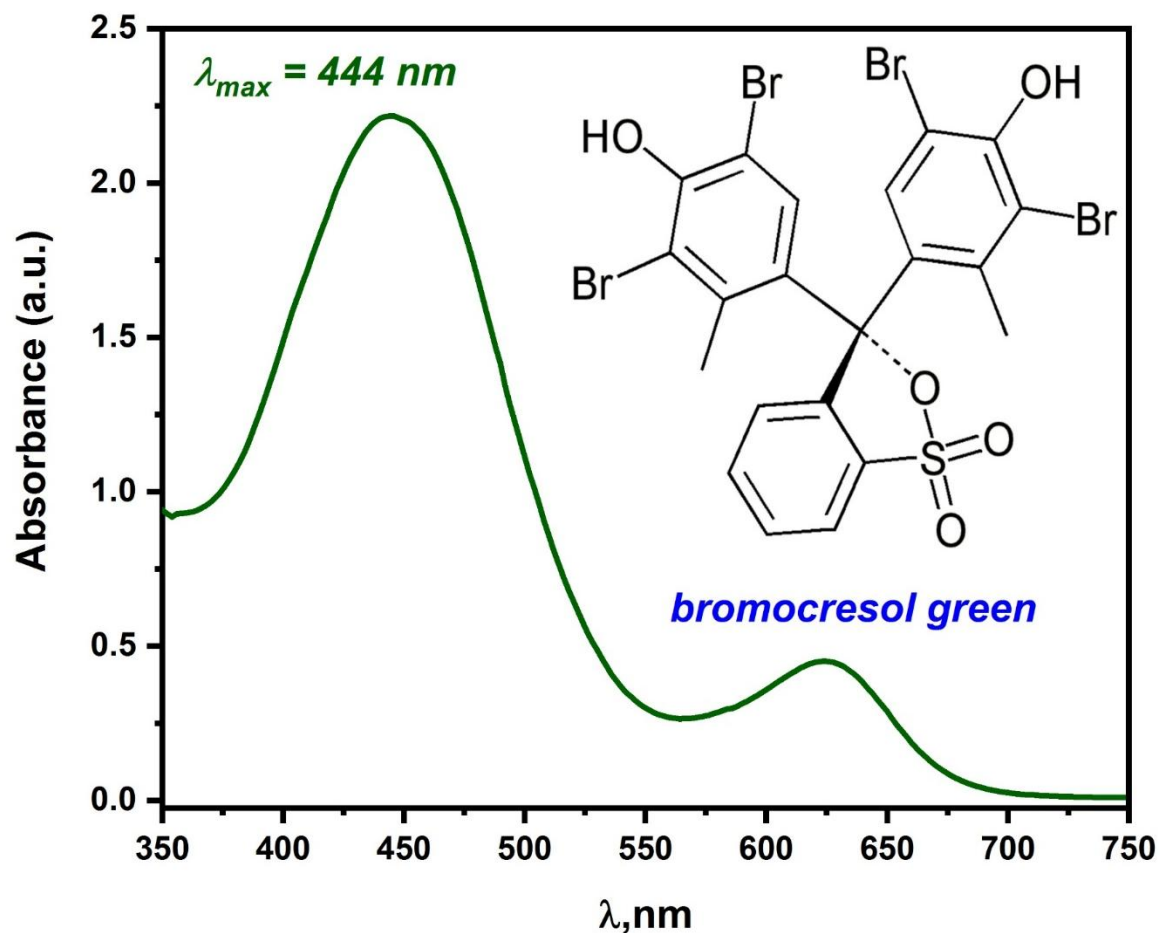
Якщо використати концентрації, а не активності форм індикатора, вираз для константи рівноваги реакції набуває вигляду:

$$K_a = \frac{[H^+][In^-]}{[HIn]} \quad (6)$$

А логарифмічна форма рівняння (6) має вигляд:

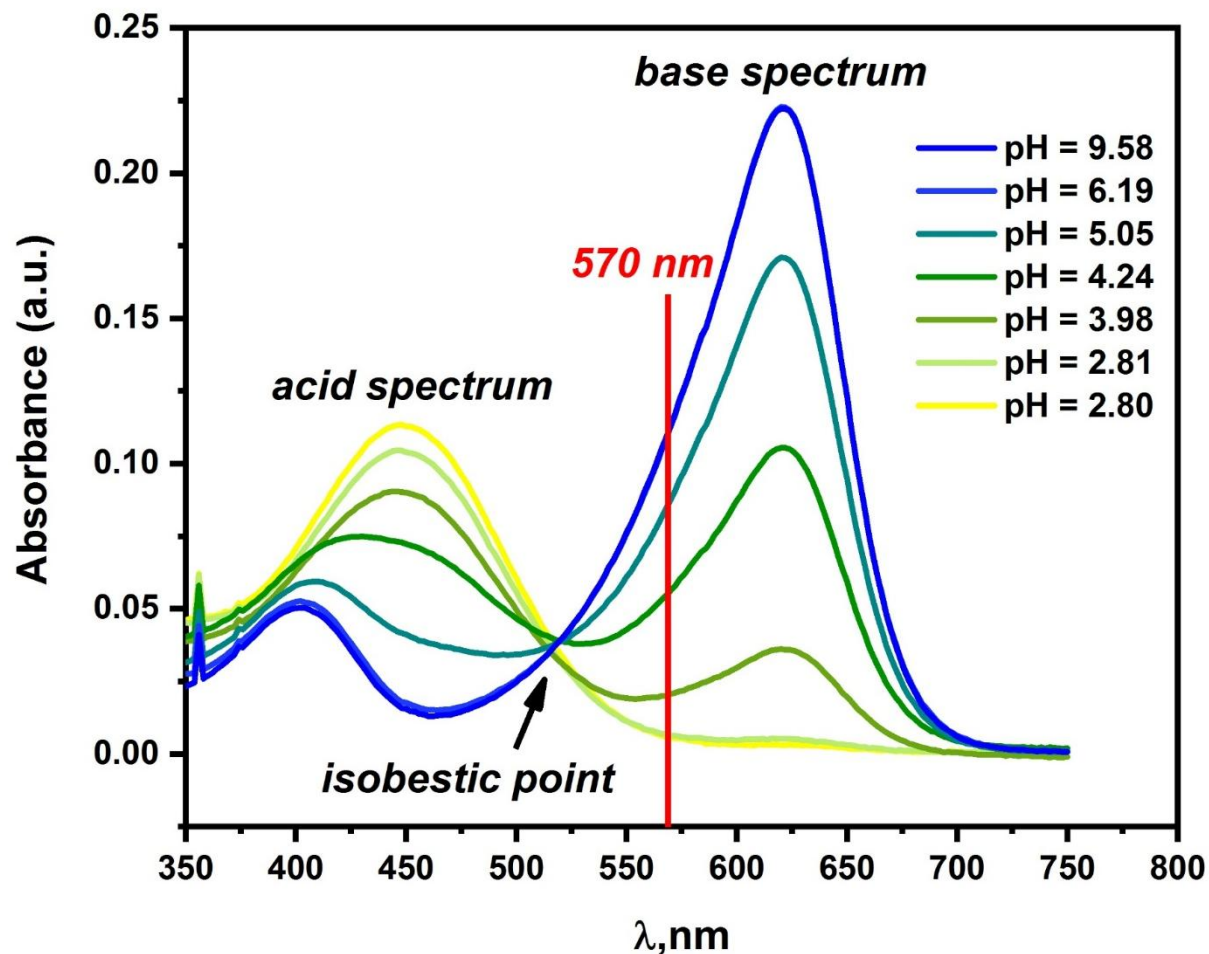
$$pK_a = pH + \log_{10} \frac{[HIn]}{[In]} \quad (7)$$

Наприкладі бромкрезолового зеленого, кислотна форма індикатора має жовтий колір, з відповідним λ_{max} на певній довжині хвилі, а основна форма має синій колір, з відповідним λ_{max} на іншій довжині хвилі.

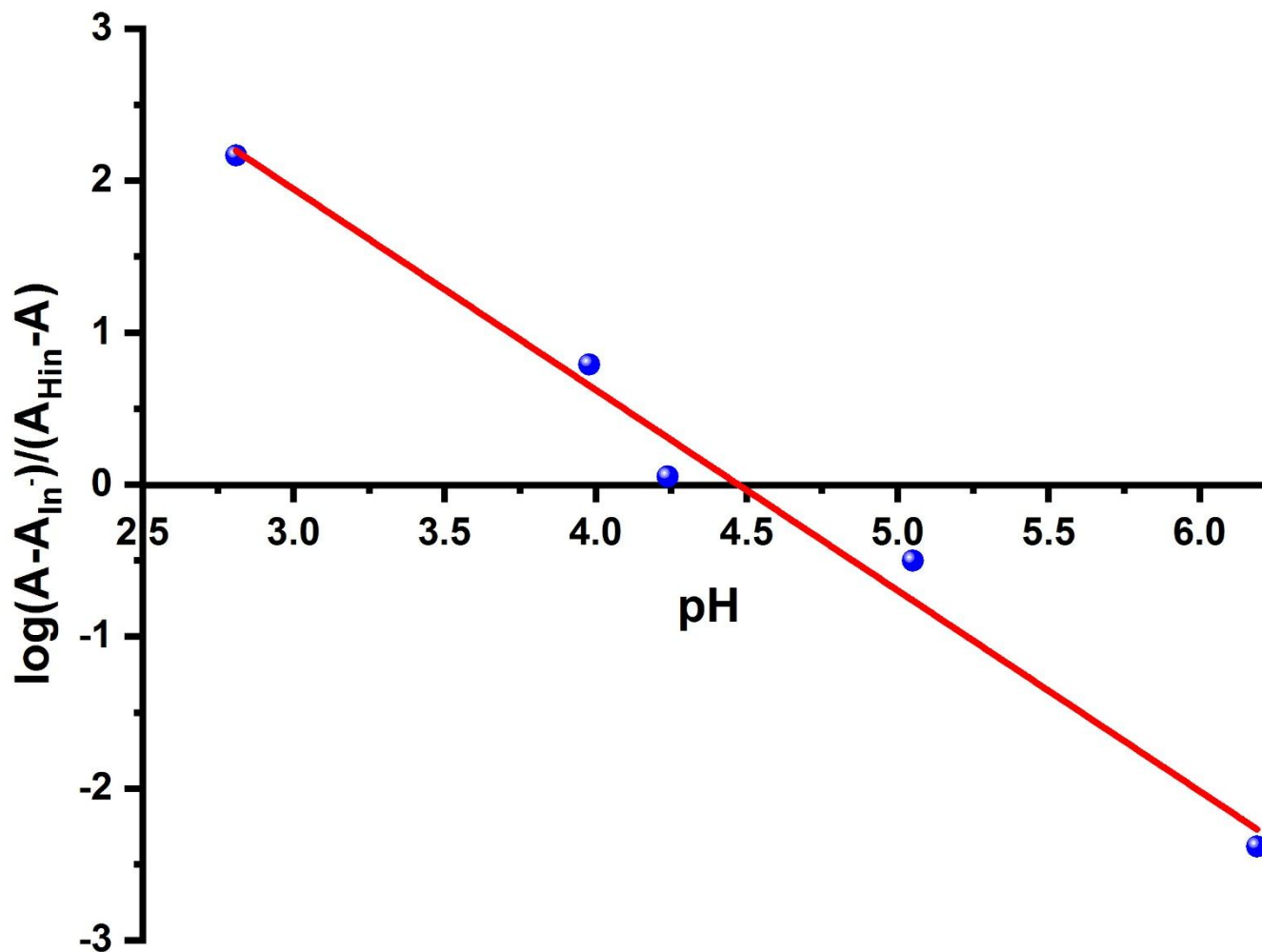


Якщо довжина оптичного шляху підтримується незмінною, і всі розчини містять однакову концентрацію, кислотно-лужне співвідношення при λ_{\max} будь-якої кислотно-основної форми визначається за наступним рівнянням:

$$\frac{[HIn]}{[In]} = \frac{A - A_{In^-}}{A_{HIn} - A} \quad (8)$$



Графічний метод полягає у побудові графіку залежності $\log_{10}[(A - A_{In^-})/(A_{Hin} - A)]$ від рН розчину, і рK_a отримується з перетину вісі осі x. Притому, що нахил прямої повинен мати від'ємне значення.



рН-метр/ кондуктометр/ термометр/ОВП-метр лабораторний AZ-86505

Прилад визначає такі параметри:

- Водневий показник (рН);
- Окисно-відновний потенціал (ОВП);
- Провідність (Cond);
- Загальна мінералізація (TDS);
- Солоність (Salt);
- Температура.



ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

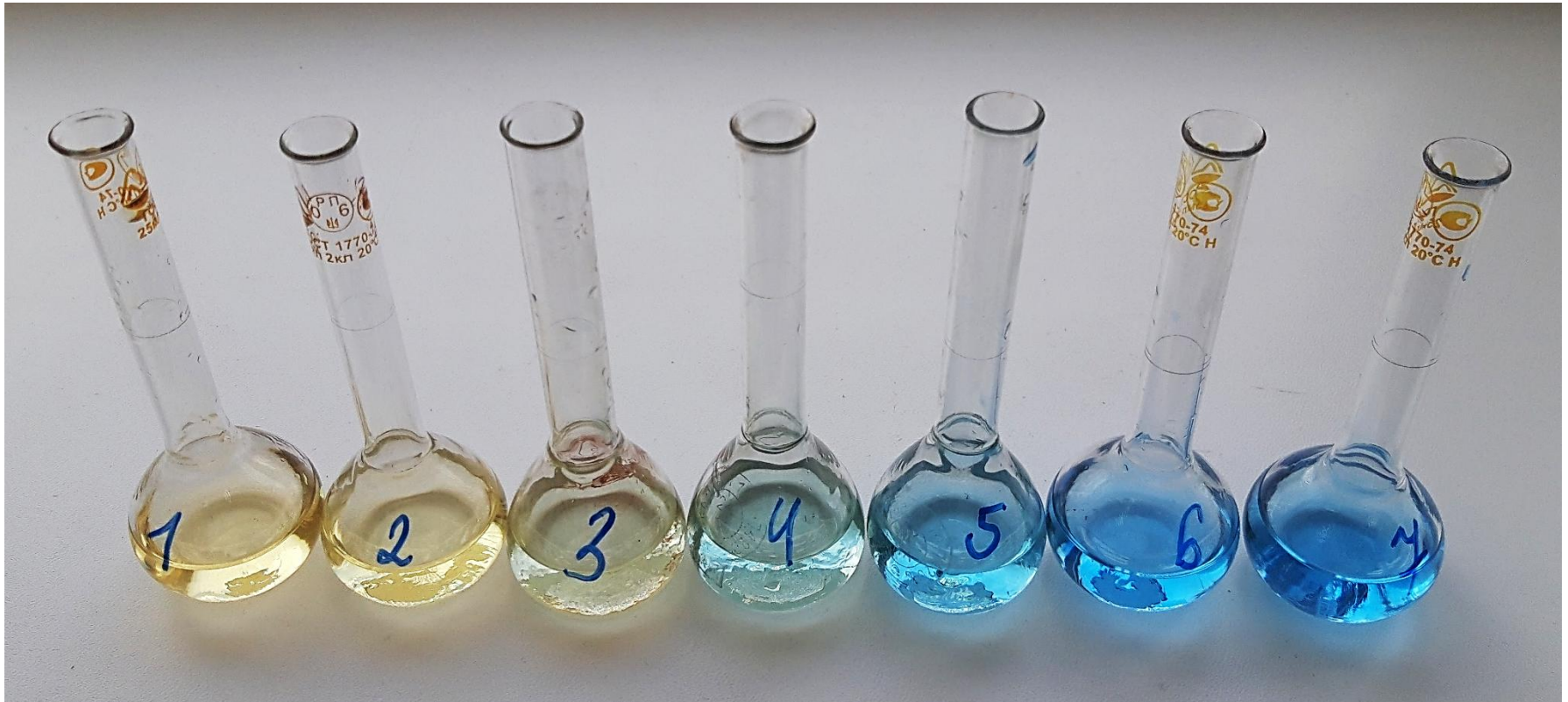


1. Приготуйте 7 буферних розчинів (фосфатний буфер Бріттена-Робінсона). Для цього за допомогою мірної піпетки додайте в колби по 10 см³ вихідного розчину (суміші слабких кислот: 0.04 М оцтової кислоти, 0.04 М фосфорної та 0.04 М борної), а потім додайте до них відповідний об'єм 0.2 М розчину NaOH (Табл.1).

Таблиця 1. Приготування буферних розчинів Бріттена та Робінсона.

№ п/п	V _{NaOH} (см ³)	pH розчину
1	0.00	2.80
2	0.05	2.81
3	0.25	3.98
4	0.50	4.24
5	0.75	5.05
6	1.00	6.19
7	2.00	9.58

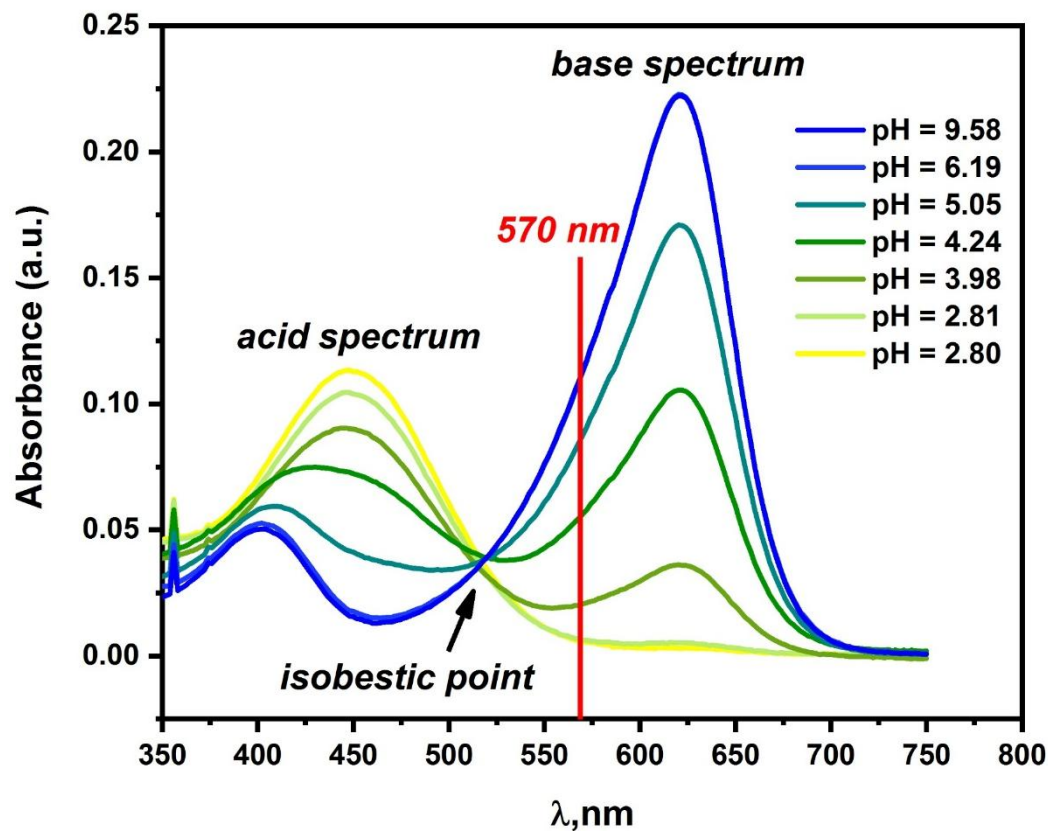
2. Приготуйте розчини бромкрезолового зеленого у 7 колбах. Для цього беруть 10 см³ відповідного буфера градуйованою піпеткою і додають 0.5 см³ вихідного розчину бромкрезолового зеленого (концентрація $6,41 \cdot 10^{-4}$ М). Незначне додавання слабкої кислоти не впливає на значення рН буферних розчинів.



3. Готові розчини бромкрезолового зеленого та відповідні їм буферні розчини налейте у чисті скляні кювети ($l = 1$ см). Буферний розчин № 1 є вихідним розчином і його додають одразу в кювету.

4. Увімкніть спектрофотометр, комп'ютер та запусіть програму Spectre.

5. Виміряйте оптичну густину розчинів бромкрезолового зеленого в діапазоні довжин хвиль 340 - 750 нм відносно відповідних буферних розчинів, як еталонів.



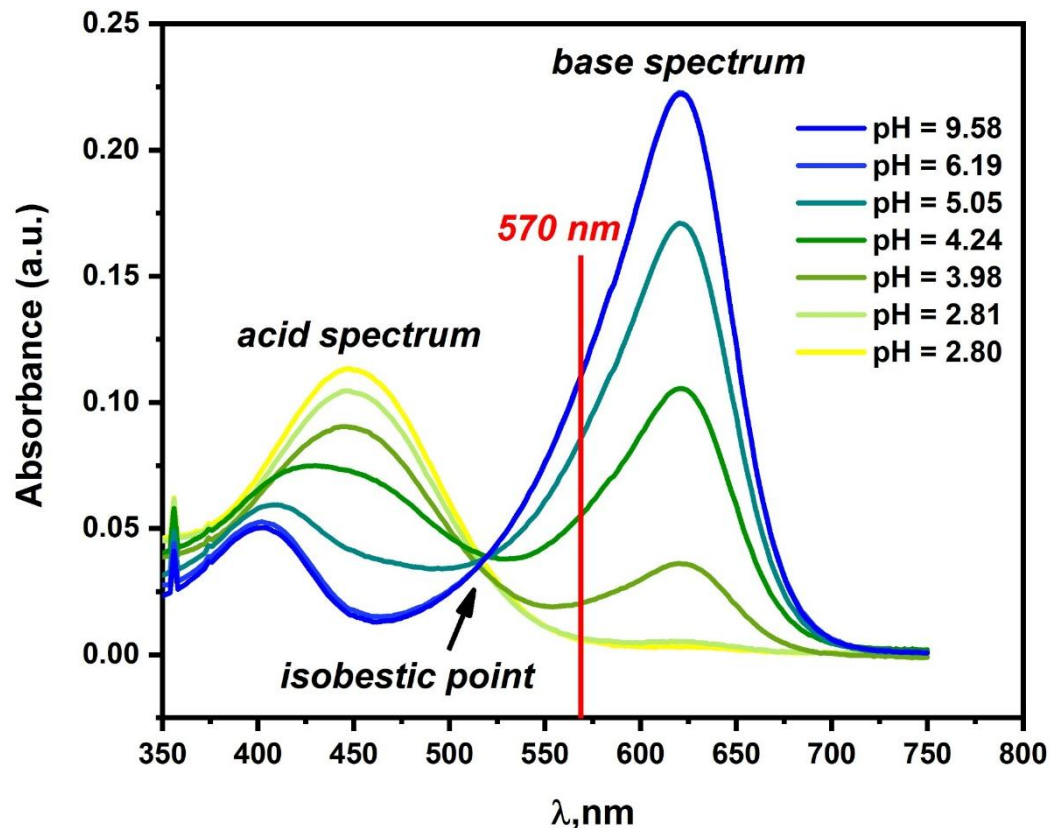
6. Вставте розчин порівняння в перший кюветотримач таким чином, щоб оптичний шлях променя проходив крізь прозору стінку кювети. Почніть вимірювання, натиснувши кнопку Пуск.
7. Проведіть вимірювання всіх наступних зразків, таким же чином. Файли з розширенням .txt можна відкрити, як за допомогою програми Excel, так і в будь-якому текстовому редакторі.
8. Вимкніть програму Spectre, комп'ютер та спектрофотометр. Промийте мірні кювети водою, потім спиртом і висушіть.



Спектрофотометр Ulab 102UV

Обробка результатів аналізу:

1. Побудуйте графік залежності оптичної густини від (λ) для всіх розчинів.
2. Виберіть на графіку довжину хвилі - не в максимумі поглинання і не в точці ізобесту (перетин отриманих кривих), наприклад в точці 570 нм.



Обробка результатів аналізу:

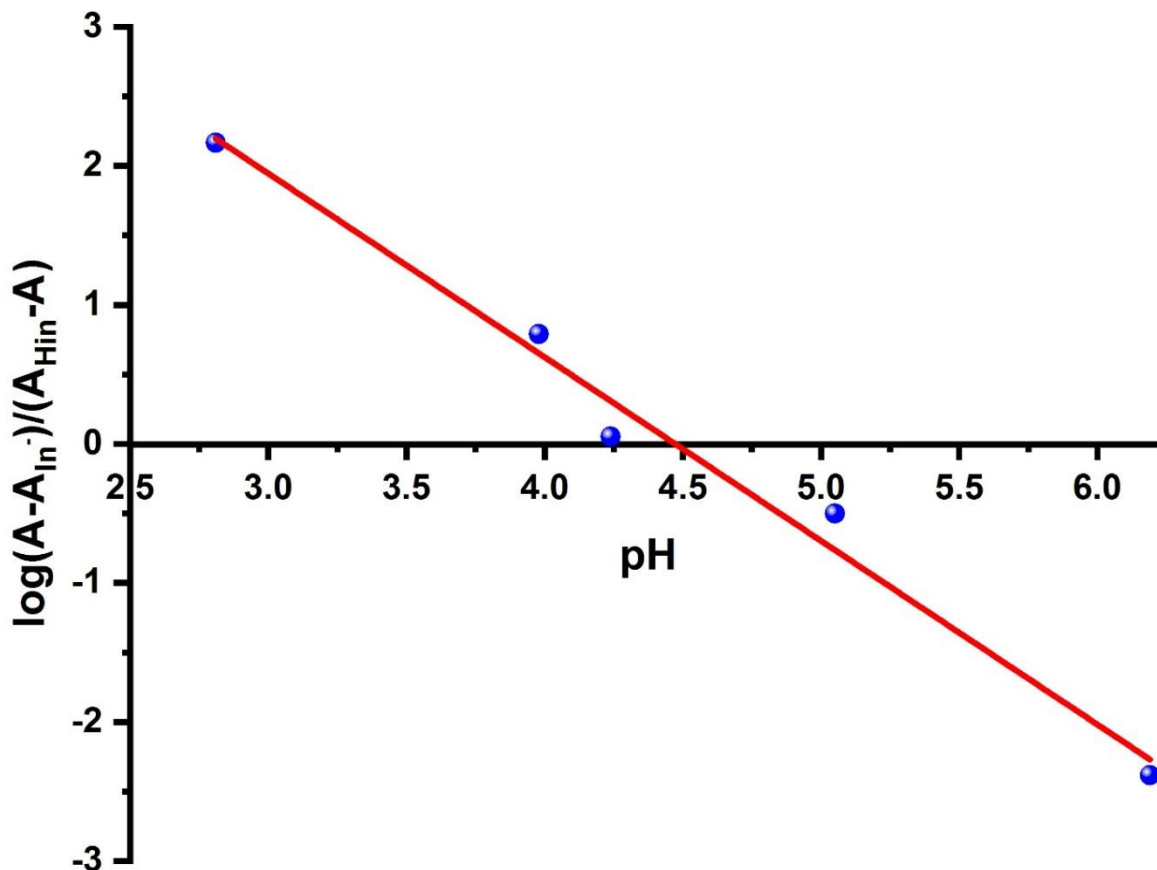
3. На обраній довжині хвилі обчисліть константи дисоціації pK_a для розчинів 2-6, використовуючи формулу (9). На основі отриманих значень константи pK_a обчисліть середнє значення константи дисоціації кислотно-основного індикатора. Занесіть результати в таблицю результатів (Табл. 2).
4. Порівняйте отриманий результат із літературними даними.

Таблиця 2. Визначення pK_a для кислотно основного індикатора

pH	Оптична густина	$\log_{10} \left[\frac{A - A_{In^-}}{A_{HIn} - A} \right]$	pK_a з р-ня 3
2.81	0.006392	2.163867	4.973868
3.98	0.020668	0.790315	4.770316
4.24	0.056237	0.052249	4.292249
5.05	0.087509	-0.501880	4.548119
6.19	0.112836	-2.381863	3.808137
		сер	4.478538
9.58	$A_{In^-} = 0.005659$		
2.80	$A_{HIn} = 0.113281$		

Обробка результатів аналізу:

5. Побудуйте графік залежності $\log_{10}[(A - A_{In^-})/(A_{Hin} - A)]$ від рН розчину, а pK_a визначте з перетину осі x . А нахил прямої повинен мати від'ємне значення.
6. Порівняйте отриманий результат з результатом отриманим алгебраїчним методом.



Questions

?

?

Answers

?