

Data d'inici:

Data d'acabament:

Nom: Data de lliurament:

Data de lliurament: 30/09/03

Activitat 2

INTRODUCCIÓ A L'ANÀLISI INSTRUMENTAL (2a. PART)

Vistiplau de la professora	Qualificació
Comentari	

Objectiu:

Aquesta pràctica, al mateix temps que s'inicia a l'alumnat en l'espectrofotometria, permet trobar l'interval de treball espectrofotomètric d'una dissolució acolorida d'una sal inorgànica.

Fonament:

Una dissolució d'un analit capaç d'absorbir radiació electromagnètica, a una longitud d'ona determinada, presenta dos límits de treball instrumental o espectrofotomètric. El límit inferior és aquella concentració de l'analit que produeix una transmissió (T) igual o superior al 85% i el límit superior és aquella concentració de l'analit que produeix una transmissió (T) igual o inferior al 25%.

Per realitzar l'activitat cal saber que:

- L'absorbància (A) mesura la llum absorbida.
- La transmissió (T) mesura la llum que passa i s'expressa en %.

Material, productes i/o reactius:

-
- Espectrofotòmetre visible.
- Cubetes per a la regió visible.
- Pipeta graduada de 25 ml.
- Matrassos aforats de 10 i 100 ml.
- Nitrat de cobalt (II), $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [Xn].
- Aigua destil·lada.
-

R i S dels reactius: Nitrat de cobalt (II) R7-22; S17,24.

Procediment .Diagrama de flux:

Càlculs previs:

- Preparació de 250 ml de nitrat de cobalt(II) 1 M a partir del reactiu P.A. de riquesa =
- Preparació de 50 mL de patrons de nitrat de cobalt de concentració:

0,8M; 0,6 M; 0,4 M; 0,2 M; 0,1 M; 0,08 M; 0,06 M; 0,04 M; 0,02 M; 0,01 M

$$V \cdot M = V' \cdot M'$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.8 \quad V = 40 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.6 \quad V = 30 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.4 \quad V = 20 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.2 \quad V = 10 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.1 \quad V = 5 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.08 \quad V = 4 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.06 \quad V = 3 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.04 \quad V = 2 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.02 \quad V = 1 \text{ ml}$$

$$V \cdot 1 = 50 \cdot 0.01 \quad V = 0,5 \text{ ml}$$

Resultats:

Solució de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 = 510 \text{ nm}$.

Molaritat	Estat dissolució	T (%)	A calc.	Color
0,8	Opac	0	–	Granate
0,6	Molt opac	0,1	3	Granate
0,4	Translúcid	1,2	1,921	Granate
0,2	Translúcid	11,3	0,947	Granate
0,1	Una mica opac	33,8	0,471	Rosat
0,08	Transparent	41,6	0,381	Rosat
0,06	Transparent	53,0	0,276	Rosa
0,04	Transparent	66,4	0,178	Rosa
0,02	Transparent	85,8	0,067	Rosa
0,01	Transparent	96,5	0,016	Rosa

Representació gràfica de la T en front de la concentració molar del nitrat de cobalt

Representació gràfica de l'A en front de la concentració molar del nitrat de cobalt

Comentaris i Conclusions:

Límit superior: entre 0,1 – 0,2 Límit inferior: 0,02

Al observar la representació gràfica de l'absorbància enfront de la molaritat veiem que la representació és una funció lineal quasi perfecte ja que el seu coeficient de correlació (r^2) ens dona 0,9995, que és un valor molt proper a 1. El seu pendent és positiu.

Tot i això, hauria de passar exactament pel punt (0,0) ja que a zero molaritat la lectura de l'absorbància a l'espectrofotòmetre també hauria de donar zero.

Els resultats obtinguts ens indiquen que les dissolucions estaven molt ben fetes, ja que la recta s'apropa molt als punts. Pràcticament tots els punts estan a la línia.

Qüestions:

- Quina variació hi hauria en la representació gràfica $T = f(c)$, si la concentració s'expressés en ppm de Co?

Cadascun dels valors de la x quedarà multiplicat per 58900. Visualment serà igual que la primera gràfica, però alhora de calcular el pendent (m'), si expressem la concentració en ppm, aquest serà molt més petit ja que:

$$y = mx + n$$

m = pendent de la gràfica inicial

m' = pendent de la gràfica en concentració amb ppm

- Si en aquesta pràctica s'utilitza una sal inorgànica, com el FeCl_3 , que dona dissolucions de color groc, quin efecte produirà en el color observat a diferents concentracions?

L'efecte serà el mateix que en el nitrat de cobalt (II), a menys concentració menys color i a la inversa, com més concentració més color.

Tractament de la mostra:

Per eliminar les diferents dissolucions patró que hem fet i la dissolució mare, les ajuntem totes i hi afegim hidròxid de sodi (NaOH), d'aquesta manera, el reactiu precipita, i, per tant, el filtrem. Una vegada filtrat, en mirem el pH. Com que és neutre el podem tirar per la pica. El filtrat el llancem a les escombraries.

Posem en funcionament l'espectrofotòmetre.

Dissolució mare 1M de nitrat de cobalt (II).

N'ajustem la longitud d'ona () a 510 nm.

A la longitud indicada llegim la T (%) d'un blanc d'aigua destil·lada.

Preparem dissolucions diluïdes de concentracions:

0,01M-0,02M-0,04M-0,06M-**0,08M**-0,1M-0,2M-0,4M-0,6M-0,8M

Una per grup de pràctiques.

Llegim la T (%) de la dissolució que ens pertoca (0,08M) i ho anotem.

També anotem color, tonalitat i transparència de cada dissolució.

Calculem A de cada dissolució i anotem els resultats en forma de taula.

$$A = -\log T$$

Representem gràficament $T / [M]$ i $A/[M]$. Tracem la corba que millor s'ajusti a les dades.

Mitjançant els gràfics identifiquem els límits de treball inferiors i superiors