

2. mérés: A vas(III)-szulfosalicilsav-komplex spektrofotometriás vizsgálata

Fenolos hidroxilcsoportot tartalmazó vegyületek kimutatása vas(III)-kloriddal

Kísérlet

Híg fenol (C_6H_5-OH), hidrokinon ($C_6H_4(OH)_2$), pirogallol ($C_6H_3(OH)_3$) és szalicilsav ($C_6H_5OH-COOH$) oldathoz adjunk egy-egy csepp vas(III)-klorid oldatot. Figyeljük meg a színváltozást!

Magyarázat: A fenolos hidroxilcsoportot tartalmazó vegyületek vas(III)-kloriddal színes komplexeket vagy sókat képeznek. Ezt a tulajdonságukat használhatjuk minőségi kimutatásukra és mennyiségi meghatározásukra.

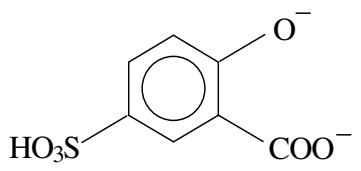
A fenolos –OH csoport komplexképző sajátosságai

A hidroxilcsoportot tartalmazó szerves vegyületek jól ismert és széles körben elterjedt komplexképzők. Nagy jelentősége van azoknak, amelyek egymáshoz közel fekvő -OH csoportokat (pirokatechin) vagy egy -OH és egy -COOH csoportot tartalmaznak (szalicilsav). Ezek számos fémmel nagy stabilitású belső komplex vegyületeket alkotnak, így azok mennyiségi meghatározására is alkalmasak.

A vas komplexképzése szulfosalicilsavval

A Fe^{3+} ion szulfosalicilsavval többféle komplexet alkot.

1. Savas közegben $pH = 1,8 - 2,5$ között barnás-rózsaszínű $[Fe(Sal)]^+$ kation keletkezik.
2. $pH = 4 - 8$ között vörösbarna $[Fe(Sal)_2]^-$ komplex.
3. $pH = 8 - 11,5$ között sárga színű $[Fe(Sal)_3]^{3-}$ komplex anion keletkezik.
(Sal^{2-} a szulfosalicilsav anionját jelenti):



Savas közegben a Fe^{3+} zavaró ionok (Al^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} stb.) mellett is meghatározható, viszont a $[Fe(Sal)]^+$ komplex kevésbé állandó. Ha a zavaró ionok mennyisége nem nagy, a meghatározást célszerű $pH = 4,5 - 7$ között végezni. Az ilyenkor keletkező $[Fe(Sal)_2]^-$ komplexek ugyanis szélesebb pH tartományban sem bomlanak. A színintenzitás mérésére a spektrofotométer könnyen alkalmazható, a mennyiségi kiértékelés elvégezhető a Lambert-Beer-törvény alapján:

$$A = \lg(I_0 / I) = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

A mérés menete

Az $50,00 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikban kapott ismeretlen vas tartalmú oldathoz $5,00 \text{ cm}^3$ szulfosalicilsavas reagenst és $5,00 \text{ cm}^3$ puffer oldatot ($pH = 5,2$) adunk bürettárból, desztillált vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk. A standard oldatokat ugyanígy készítjük el.

A standard oldatok Fe^{3+} koncentrációi:

sorszám	$c_{\text{Fe}^{3+}}$ (mmol/dm ³)
1	$3,0 * 10^{-2}$
2	$6,0 * 10^{-2}$
3	$9,0 * 10^{-2}$
4	$1,2 * 10^{-1}$
5	$1,8 * 10^{-1}$

Először meghatározzuk a komplex maximális fényelnyeléshez tartozó hullámhosszát a vak oldat ellenében. Ehhez csoportonként egy mintának felvesszük a látható abszorpciós spektrumát 370-700 nm között 10 nm-ként. Határozzuk meg λ_{max} értékét 1 nm pontossággal! A meghatározott λ_{max} értéken mérjük végig a standard oldatok abszorbanciáját a vak oldat ellenében.

Ezután a mintát is mérjük meg ugyanilyen körülmények mellett. Végezzünk mintánként három párhuzamos mérést!

1. Ábrázoljuk a vas(III)-szulfoszalicilsav komplex abszorpciós spektrumát milliméterpapíron!
2. Ábrázoljuk a kalibrációs egyenest is (abszorbancia a koncentráció függvényében)!
3. Adjuk a meg a mintánk átlagos koncentrációját és a koncentrációk szórását!