

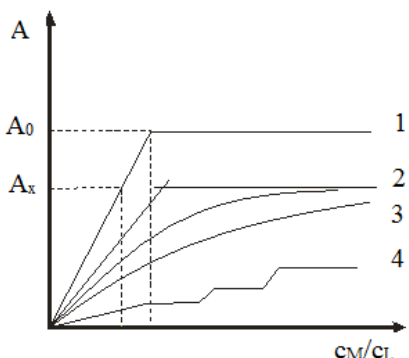
Vežba 2.11

SPEKTROFOTOMETRIJSKO ODREĐIVANJE STEHIOMETRIJSKOG SASTAVA KOMPLEKSA PRIMENOM METODE MOLSKIH ODNOSA

Kraće teorijske osnove i zadatak vežbe

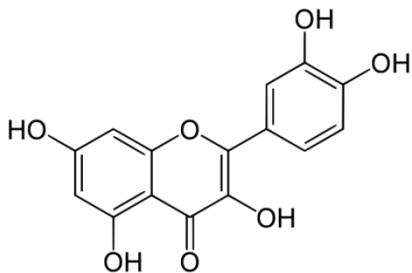
Metoda moljskih odnosa se koristi za određivanje sastava i konstante stabilnosti relativno stabilnih kompleksa. Postupak se sastoji u merenju apsorbancije serije rastvora u kojima se koncentracija jedne komponente održava konstantnom a menja koncentracija druge komponente polazeći od nižih ka višim koncentracija u odnosu na prvu komponentu. Apsorbancija rastvora se meri na određenoj talasnoj dužini, u oblasti maksimalne apsorbancije kompleksa, i grafički predstavlja u zavisnosti od odnosa stehiometrijskih koncentracija metala i liganda (slika 2.15).

Ako se obrazuje samo jedan stabilan kompleks (slika 2.15, kriva 1) apsorbancija raste linearno sa moljskim odnosom i postaje, pri određenoj vrednosti moljskih odnosa, konstantna što odgovara potpunom vezivanju jona metala u kompleks tako da dalji dodatak liganda ne izaziva promenu apsorbancije. Tačka preloma krive određuje odnos metala i liganda u kompleksu. Kada je disocijacija kompleksa mala (slika 2.15, kriva 2), broj liganada u kompleksu se određuje iz preseka tangenti na početni i završni deo krive. Ukoliko je disocijacija kompleksa jako velika (slika 2.15, kriva 3), horizontalni deo krive se ne dostiže. Ako se u sistemu obrazuje više kompleksa koji imaju različite konstante stabilnosti javlja se više prevojnih tačaka (slika 2.15, kriva 4).



Slika 2.15 Krive mogućih zavisnosti promena apsorbancija kompleksa različitih stabilnosti od stehiometrijskog odnosa komponenata

Vežba ima za zadatak da se odredi stehiometrijski sastav kompleksa nekog polifenolnog molekula i feri jona i time istaknu mogućnost primene elektronskih spektara molekula u određivanju strukture kompleksa.



Slika 2.16 Struktura kvercetina

Instrumenti

Registrujući ULj-VID spektrofotometar, kvarcne kivete dužine optičkog puta $d = 10$ mm.

Hemikalije

Kvercetin (3,3',4',5,7-pentahidroksiflavon) (slika 2.16.) ili neki drugi polihidroksilovani flavonski molekul, ferihlorid heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \times 6 \text{H}_2\text{O}$), metanol.

Postupak

a) U normalnom sudu od 10 ml napraviti osnovni rastvor kvercetina (ili nekog drugog polifenola) u metanolu koncentracije $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$.

b) Od osnovnog rastvora kvercetina (rastvor pod a) volumetrijskim razblaživanjem napraviti 10 ml rastvora kvercetina koncentracije $c = 5 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$.

c) Napraviti osnovne rastvore gvožđe(III) hlorida u metanolu koncentracija: $c = 1 \times 10^{-3} \text{ mol dm}^{-3}$, $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol dm}^{-3}$, $c = 1 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$.

d) Rastvor kvercetina (ili nekog drugog polifenola) titrovati različitim koncentracijama gvožđe(III) hlorida tako da molski odnosi komponenata (kvercetin : gvožđe(III) hlorid) budu: (1:0); (1:0,08); (1:0,20); (1:0,25); (1:0,35); (1:0,45); (1:0,50); (1:0,60); (1:0,70); (1:0,75). Ukupna zapremina rastvora treba da je konstanta prilikom svih merenja ($V = 3 \text{ ml}$).

e) Posle svake titracije snimiti spektar u oblasti 250-550 nm. Sve spektre prikazati uporedo.

f) Za titracije (koje se vrše dodavanjem gvožđe(III) hlorida iz mikropipete) koristiti koncentrovane rastvore gvožđe(III) hlorida (rastvore pod c) da bi zapremina dodatog gvožđa bila minimalno moguća.

Prikaz rezultata merenja i diskusija

1. Očitati vrednosti apsorbancija maksimuma nagrađenog kompleksa.
2. Rezultate merenja prikazati tabelarno. U kolone tabele uneti sledeće parametre: molski odnos komponenata i vrednosti apsorbancija na λ_{max} nagrađenog kompleksa .
3. Grafički predstaviti zavisnost $A_{\lambda_{\text{max}}} = f([\text{FeCl}_3]/[\text{kvercetin}])$.
4. Povuci tangente na deo krive u kome apsorbancija raste sa povećanjem molskog odnosa komponenata u kompleksu i na deo krive kada ta zavisnost postaje konstantna. U preseku tangenti očitati molski odnos komponenata u kompleksu.
5. Očitati talasnu dužinu izosbestnih tačaka i prokomentarisati njihov broj i značenje.

IZVEŠTAJ

Apsorpcioni spektri kvercetina titrovanog različitim koncentracijama ferihlorida

Tabela 2.16 Tabela prikaz molskog odnosa komponenata kompleksa i vrednosti apsorbancija na apsorpcionom maksimumu kompleksa

[illegible]

Grafik zavisnosti $A_{\lambda\max} = f ([\text{FeCl}_3]/[\text{kvercetin}])$

Diskusija