1. **OZNACZANIE CHROMU(VI) METODĄ DIFENYLOKARBAZYDOWĄ**

**ZASADA OZNACZANIA**

Metoda oznaczania Cr(VI) jest przykładem zastosowania spektrofotometrii UV-Vis w analizie kompleksów metali. Podstawą tej metody kolorymetrycznej jest reakcja red-ox pomiędzy Cr(VI) i difenylokarbazydem(DFK). W środowisku kwaśnym Cr(VI) utlenia 1,5-difenylokarbazyd(I) do difenylokarbazonu(II), sam natomiast ulega redukcji do Cr(III). Kwasowość badanego roztworu ma znaczenie w otrzymaniu ostatecznego zabarwienia próby.

Metoda difenylokarbazydowa jest specyficzna dla chromu (VI), ponieważ jest ponad 100 razy bardziej czuła niż metoda chromianowa, w której wykorzystuje się naturalną barwę jonów Cr2O72- lub CrO42-. Reakcja z difenylokarbazydem znajduje zastosowanie zwłaszcza przy oznaczaniu śladowych ilości chromu. Oznaczeniu przeszkadzają wysokie stężenia jonów żelaza, wanadu, molibdenu, miedzi i rtęci, które usuwa się poprzez ekstrakcję.

ZASADA METODY:

Podstawą kolorymetrycznej metody oznaczania chromu jest reakcja red-ox pomiędzy Cr(VI)   
i difenylokarbazydem. Jest to metoda ilościowa, gdyż wartość absorbancji powstałego barwnego kompleksu jest proporcjonalna do stężenia jonów Cr(VI) w badanej próbce.

CEL ĆWICZENIA:

Celem ćwiczenia jest ilościowe oznaczenie Cr(VI) za pomocą dwóch metod kolorymetrycznych przy użyciu DFK rozpuszczonego w acetonie i DFK rozpuszczonego w kwasie octowym lodowatym oraz porównanie otrzymanych wyników w kontekście czułości analitycznej metody.

ODCZYNNIKI:

1. Roztwór wzorcowy Cr(VI): 0,01mg/ml

2. 0,2% 1,5-difenylokarbazyd w acetonie

3. 0,2% 1,5-difenylokarbazyd w kwasie octowym lodowatym

4. 0,05M H2SO4

5. 25% HCl

**1. Oznaczanie Cr(VI) przy użyciu DFK rozpuszczonego w acetonie z dodatkiem 0,05M H2SO4.**

KRZYWA WZORCOWA

Rozcieńczenia roztworu wzorcowego Cr(VI) do wykonania krzywej standardowej przygotować w szklanych probówkach według poniższej tabelki:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Stężenie Cr(VI)**  **(µg/ml)** | **0**  (próba ślepa) | **0,2** | **0,4** | **0,5** | **0,6** | **0,8** |
| Roztwór wzorcowy Cr(VI) [ml] | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,25 | 0,3 | 0,4 |
| 0,05M H2SO4  [ml] | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,65 | 4,6 | 4,5 |
| 0,2% DFK w acetonie  [ml] | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |

Uzyskane roztwory wymieszać, odczekać 5min i odczytać absorbancję za pomocą spektrofotometru przy długości fali λ = 546 nm, stosując ślepą próbę jako odnośnik. Wykreślić krzywą wzorcową.

ANALIZA

Do otrzymanej próby badanej dodać 2ml 0,05M kwasu siarkowego i 0,1ml DFK w acetonie. Próbkę należy wymieszać i po upływie 5min. odczytać absorbancję przy λ = 546 nm wobec próby ślepej. Odczytać stężenie Cr(VI) z wykreślonej krzywej kalibracyjnej.

**2. Oznaczanie Cr(VI) przy użyciu DFK rozpuszczonego w kwasie octowym lodowatym.**

KRZYWA WZORCOWA

Rozcieńczenia roztworu wzorcowego Cr(VI) do wykonania krzywej standardowej przygotować w szklanych probówkach według poniższej tabelki:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Stężenie Cr**  **(µg/ml)** | **0**  (próba ślepa) | **0,2** | **0,4** | **0,5** | **0,6** | **0,8** |
| Roztwór wzorcowy Cr(VI) [ml] | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,25 | 0,3 | 0,4 |
| Woda destylowana  [ml] | 4,85 | 4,75 | 4,65 | 4,6 | 4,55 | 4,45 |
| 25% HCl  [ml] | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 |
| 0,2% DFK w kwasie octowym lodowatym  [ml] | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |

Uzyskane roztwory wymieszać, odczekać 5min i odczytać absorbancję za pomocą spektrofotometru przy długości fali λ = 546 nm, stosując ślepą próbę jako odnośnik. Wykreślić krzywą wzorcową.

ANALIZA:

Do otrzymanej próby badanej dodać 2ml wody destylowanej, 0,05ml 25% HCl i 0,1ml DFK   
w kwasie octowym lodowatym. Próbkę należy wymieszać i po upływie 5min. odczytać absorbancję przy λ = 546 nm wobec próby ślepej. Odczytać stężenie Cr(VI) z wykreślonej krzywej kalibracyjnej.