1. TITULO

Análisis de mezclas por UV-Vis

2. OBJETIVO

- El objetivo de este laboratorio es que los estudiantes se familiaricen con la Ley de Beer-Lambert y su aplicación en el análisis de mezclas.

3. MARCO TEÓRICO

La ley de Beer-Lambert (Ecuación 1) puede ser usada para realizar análisis cuantitativos por espectrometría UV-Vis:

$$A_\lambda = \varepsilon_\lambda bC \quad (1)$$

A_λ = Absorbancia a una longitud de onda λ = -log transmitancia
ε_λ = Absortividad Molar
b = Longitud de la celda en cm.
C = concentración en moles/litros.

Bajo ciertas condiciones, la ley de Beer-Lambert puede ser usada para la determinación simultánea de dos o más sustancias absorbentes. Si los componentes de la mezcla no reaccionan entre si o no afectan las propiedades de la absorción de la luz del uno al otro en alguna forma, la absorbancia total a cualquier longitud de onda es la suma de las absorbancias de los componentes de la mezcla. Entonces a una longitud de onda λ,;

$$A_\lambda = A_{1\lambda} + A_{2\lambda} + A_{3\lambda} + \ldots \quad (2)$$
$$A_\lambda = \varepsilon_{1\lambda} bC_1 + \varepsilon_{2\lambda} bC_2 + \varepsilon_{3\lambda} bC_3 + \ldots \quad (3)$$

Donde los subíndices 1, 2, y 3 se refieren a los compuestos absorbentes. Como la longitud de la celda es igual, la ecuación se reduce a:

$$A_\lambda = k_{1\lambda}C_1 + k_{2\lambda}C_2 + k_{3\lambda}C_3 + \ldots \quad (4)$$

Donde:

$$k_{1\lambda} = \varepsilon_{l\lambda} b \text{ etc.} \quad (5)$$

El propósito de este experimento es la determinación simultanea de la concentración de $[Cr(H_2O)_6]^{+3}$ (hexaaquochromium(III)) y $[Co(H_2O)_6]^{+2}$ (hexaaquocobalt(II)). Para estos dos componentes de la mezcla la ecuación se reduce a:

$$A_{\lambda 1} = kCr_{\lambda 1} C_{Cr} + kCo_{\lambda 1} C_{Co} \quad (6)$$
$$A_{\lambda 2} = kCr_{\lambda 2} C_{Cr} + kCo_{\lambda 2} C_{Co} \quad (7)$$

$k_{Cr\ \lambda 1}$, $k_{Cr\ \lambda 2}$, $k_{Co\ \lambda 1}$ and $k_{Co\ \lambda 2}$ son calculados midiendo la absorbancia de una solución pura de cada uno de los complejo a las dos longitudes de onda que se desean estudiar (λ_1 y λ_2). Los valores de C_{Co} y C_{Cr}, son determinados tomando el espectro de absorción de la mezcla a las dos longitudes de onda determinadas.

En este experimento la selección de las longitudes de onda es muy importante. La situación ideal es usar una longitud de onda donde uno de los componentes de la mezcla no absorba y el otro absorba substancialmente. Como esta situación no se presenta normalmente, una buena elección seria una longitud de onda donde la mayor absorción sea por parte de una especie y menor absorción de la otra especie y viceversa.

4. MATERIALES, EOUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro UV-Vis
Balanza Analitica
Balones aforados de 10ml
Balones aforados de 25ml
Balones aforados de 100ml
Vaso de precipitado de 50 ml
Toallas de papel
Guantes desechables
Pipeta graduada de 10ml
Pipeteador
Celda de Cuarzo

5. REACTIVOS

$Cr(NO_3)_3.9H_2O$
$Co(NO_3)_2.6H_2O$
Agua destilada
Solución desconocida

6. PROCEDIMIENTO

A. Encender el espectrómetro UV-VIS.
Calentar el espectrofotometro de doble haz (Mirar el manual de operación del instrumento) y leer las instrucciones de operación del equipo antes de iniciar el experimento.

B. Preparación de Estándare:

a. Usando el $Cr(NO_3)_3.9H_2O$, preparar 5 soluciones de concentraciones 0.01, 0.02, 0.03 y 0.04 M en Cr(III).
b. Usando el $Co(NO_3)_2.6H_2O$, preparar 5 soluciones de concentraciones 0.04, 0.08, 0.12 y 0.16M en Co(II).

C. Verificación de la adición de las absorbancias de $[Cr(H_2O)_6]^{+3}$ y $[Co(H_2O)_6]^{+2}$ **:**

a. Preparar 25 ml de una mezcla de a Cr(III)/Co(II) con una concentración de 0.02M en Cr(III) y 0.08 M en Co(II). Estas concentraciones deben coincidir con las soluciones de 0.02M Cr(III) y la de 0.08M de Co(II) preparadas en la parte B.
b. Medir el espectro de absorción, en el rango de 650nm a 350nm, de la solución 0.02M Cr(III), 0.08 M en Co(II) y de la mezcla de Cr(III)/Co(II), utilizando el espectrofotómetro Shimadzu UV-VIS y determinar la longitud de onda de máxima absorción para cada uno de los complejos.

D. Determinación de las constantes de la ley de Beer y determinación de las absorbancias de la muestra desconocida:

a. Medir la absorbancia de cada uno de las soluciones puras de Cr(III) y Co(II) preparadas a cada una de las longitudes de onda seleccionadas. Asegúrese de usar la misma celda de muestra en todas las medidas.
b. Medir la absorbancia de la solución desconocida de Cr(III)/Co(II) a cada una de las longitudes de onda seleccionadas.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerigenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall,Pearson Education S.A. 2001.
- Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

Tratamiento de Resultados:
1. Determinar las sumas de las absorbancias de Cr(III) and Co(II) de los espectros a intervalos de 50 nm. Comparar con las absorbancias de la mezcla.
2. Determinar el valor de kCr y kCo par las longitudes de onda determinadas utilizando los espectros de las soluciones puras de Cr(III) y Co(II).
3. Determinar la concentración de Cr(III) y Co(II) en la muestra desconocida.

Defina:
Punto Isobestico
Transición $n \rightarrow \pi^*$
Efecto fotoelectrico