

Esercitazione 1a: Analisi fotometrica dell'antimonio

Principio del metodo

L'antimonio(III), presente in soluzione come catione antimonile (SbO^+) complessato dal tartrato ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$), reagisce con lo ioduro, in soluzione fortemente acida, formando l'acido tetraiodoantimonico, HSbI_4 :



L'acido tetraiodoantimonico presenta un massimo di assorbimento nella regione UV-Visibile dello spettro elettromagnetico; nel corso dell'esercitazione tale assorbimento verrà sfruttato per una determinazione quantitativa dell'antimonio per via fotometrica.

Strumentazione

Spettrofotometro Perkin Elmer Lambda 3

Reagenti (già disponibili)

Soluzione madre di KI: 140 g di KI e 10 g di acido ascorbico (che funge da antiossidante) disciolti in 1 L di acqua deionizzata.

Soluzione standard di Antimonio: 0.1334 g di tartrato di potassio e antimonile (PM 333.93 g/mol) disciolti in 0.5 L di acqua deionizzata contenente 80 mL di acido solforico concentrato.

Procedura

Preparare, **SOTTO CAPP A SPIRANTE**, 5 soluzioni standard, prelevando, mediante una pipetta di vetro graduata, 0.4, 0.8, 1, 1.4 e 2 mL di soluzione standard di Antimonio, rispettivamente, trasferendoli in matracci da 10 mL e portando a volume con la soluzione madre di KI.

La soluzione di **bianco**, necessaria per effettuare l'azzeramento dell'assorbanza del solvente, sarà rappresentata dalla **soluzione madre di KI**.

Digitare sulla tastiera dello spettrofotometro, preventivamente acceso ed impostato nella modalità *Assorbanza* dal docente, il valore **435 nm**, corrispondente alla lunghezza d'onda di massimo assorbimento dell' HSbI_4 .

Dopo aver premuto il tasto “Go to λ ” il valore digitato apparirà sul display posto a sinistra e il monocromatore raggiungerà la posizione corrispondente.

Introdurre **due cuvette riempite con il bianco** (opportunamente contrassegnate con una lettera B) nei due scompartimenti dello spettrofotometro.

Dopo aver chiuso l'alloggiamento delle cuvette premere il tasto **AUTO ZERO** sulla tastiera dello spettrofotometro. Il valore dell'assorbanza, mostrato dal display posto a destra, dovrà azzerarsi (salvo lievi fluttuazioni sulla terza cifra decimale).

Riaprire l'alloggiamento e sostituire la cuvetta posta nello scompartimento più vicino all'operatore, corrispondente a quello del campione, con **una cuvetta riempita con la soluzione di HSbI₄ più concentrata (sarà quella contrassegnata dal numero 2)**. Dopo aver richiuso l'alloggiamento, annotare il valore di assorbanza indicato dal display a destra.

Ripetere l'operazione scegliendo per la lunghezza d'onda il valore **450 nm**, prossimo ad un punto di flesso della banda di assorbimento dell'HSbI₄.

Completata la coppia di misure per la soluzione più concentrata, **riempire altrettante cuvette (già presenti sul banco di laboratorio, contrassegnate opportunamente) con le restanti quattro soluzioni di HSbI₄**.

Seguendo la procedura precedentemente descritta, acquisire per ciascuna soluzione, compresa quella più concentrata, **un totale di due letture di assorbanza a 435 nm e due a 450 nm**.

Le misure andranno randomizzate, ossia effettuate via via su soluzioni diverse, evitando di effettuarle consecutivamente sulla stessa soluzione e nell'ordine crescente/decescente di concentrazione.

Al termine della sequenza saranno stati ottenuti, per ciascuna soluzione, due valori di assorbanza per ciascuno dei due valori di lunghezza d'onda e sarà possibile, a casa, costruire due rette di calibrazione, una per ciascuna lunghezza d'onda, basate su 10 dati ciascuna (2 replicati per ogni concentrazione).

Completata l'acquisizione dei dati di calibrazione, preparare la **soluzione incognita** portando a volume con la soluzione di KI l'aliquota di soluzione di Antimonio che il docente avrà preventivamente trasferito in un apposito matraccio e lasciato sulla mensola in vetro del banco di laboratorio.

Riempire con la soluzione incognita una nuova cuvetta ed effettuare **due successive misure di assorbanza per ciascuna delle due lunghezze d'onda: 435 e 450 nm**. I valori così ottenuti verranno poi utilizzati per la determinazione della concentrazione incognita di Antimonio, come illustrato a lezione, usando separatamente le due calibrazioni effettuate.

Nella relazione finale si dovrà valutare la linearità dei dati ottenuti alle due lunghezze d'onda, evidenziando se alla lunghezza d'onda 450 nm si sia manifestata, o meno, una curvatura alle alte concentrazioni, a seguito della violazione della legge di Lambert-Beer.