

## 9. Protokoll

### - Extraktionsphotometrie (Cobalt) -

#### Thema/Aufgabe:

extraktionsphotometrische Bestimmung von Co mit Phosphorsäure-bis-(2-ethylhexylester)

#### Theoretische Grundlagen der Analyse:

Bei der Photometrie nutzt man die durch einen lichtabsorbierenden Stoff hervorgerufene Lichtschwächung zur Konzentrationsbestimmung.

Um bei diesem Experiment die Konzentration an Cobalt in einer Lösung bestimmen zu können, muss es zuerst in eine lichtabsorbierende Verbindung überführt werden. Das Cobalt wird aus der wässrigen Phase in eine organische Phase extrahiert. In der organischen Phase bildet das Cobalt mit dem Phosphorsäure-bis-(2-ethylhexylester) einen lichtabsorbierenden Komplex.

Wird ein solcher lichtabsorbierender Stoff von einem monochromatischen, also aus nur einer Wellenlänge bestehenden, Lichtstrahl der Strahlungsleistung  $P_0$  durchdrungen, so verringert sich dessen Strahlungsleistung auf den Wert  $P$ . Der dekadische Logarithmus des Verhältnisses  $P_0$  zu  $P$  ist als die Extinktion definiert:

$$E = \lg \frac{P_0}{P}$$

Die Bedeutung der Extinktion in diesem Versuch liegt darin, dass sie direkt proportional zu Konzentration der lichtabsorbierenden Komponente der Probe ist:

$$E = \varepsilon \cdot c \cdot l \quad \text{Lambert-Beer'sches Gesetz}$$

Mit diesem Gesetz kann also aus der Messung der Extinktion die Konzentration der Probe ermittelt werden. Jedoch geschieht dies nicht über Absolutwerte. Somit muss erst über eine Kalibrierkurve ein Zusammenhang zwischen Messwert und Konzentration der Lösung hergestellt werden. Dies geschieht, indem man die Messwerte bei Lösungen bekannter Konzentration über diese in einem Diagramm aufträgt und daraus einen funktionalen Zusammenhang ermittelt (Ausgleichsgerade).

#### Arbeitsvorschrift:

Etwa 7 bis 8 verschiedene Volumina der ausstehenden Stammlösung werden in Reagenzgläser pipettiert und mit entionisiertem Wasser auf genau 2mL aufgefüllt. Der Cobaltgehalt soll möglichst gleichmäßig verteilt zwischen  $100\mu\text{g}$  und  $700\mu\text{g}$  liegen.

Anschließend setzt man jedem Standard 1mL der ausstehenden Acetat-Puffer-Lösung und 3mL der HDEHP-Lösung zu. Nach der Zugabe von wird 5 Minuten extrahiert. Nach vollständiger Phasentrennung überführt man die organische Phase in die Messküvette.

Die Blindprobe stellt man analog durch Extraktion von 2mL entionisiertem Wasser, das mit 1mL Puffer und 3mL HDEHP versetzt wurde, her.

Die Messung der Extinktion der Standards erfolgt gegen die Blindprobe bei einer Wellenlänge von 585nm. Es sind je fünf Messungen durchzuführen und der Mittelwert zu bilden.

Zur graphischen Darstellung wird der Mittelwert der gemessenen Extinktion gegen die eingesetzte Co-Menge aufgetragen. Durch die Punkteschar legt man eine Ausgleichsgerade.

Zur Bestimmung der unbekanntes Co-Menge werden von der auf 10mL aufgefüllte Analysenlösung 2mL abgenommen, mit 1mL Pufferlösung und 3mL HDEHP-Lösung versetzt. Die Extinktion der Probe wird zehnmal gemessen. Der Co-Gehalt der Analyse wird anhand des gemessenen Extinktionswertes mittels der Ausgleichsgeraden extrapoliert.

#### Entsorgung:

Sämtliche während des Versuchs anfallenden Lösungen werden in einem separaten Gefäß gesammelt. Nach der Phasentrennung wird die organische Phase im Behälter „Cobalthaltige HDEHP-Rückstände“ entsorgt. Die wässrige Phase wird dem Abwassernetz zugeführt und die restliche Analysenlösung wird in den Sammelbehälter „Schwermetallhaltige Lösungen“ gegeben und später aufgearbeitet.

## Geräte/Chemikalien:

| Stoff         | Symbol | R-Sätze | S-Sätze        |
|---------------|--------|---------|----------------|
| Acetat-Puffer | -      | -       | -              |
| HDEHP         | C      | 21-34   | 26-36/37/39-45 |

- Stativ + Klemme
- Bürette
- Maßkolben (100ml)
- Reagenzgläser + Stopfen
- Messpipette/Messzylinder
- Küvette

## Erstellung der Kalibrierkurve:

a) Messung der Kalibrierkurve mit  $m(\text{Co}) = 100 - 700 \mu\text{g}$

Stammlösung ( $\text{Co}^{2+}$ ):  $c_1 = 600 \mu\text{g/mL}$

| Probe         | 0,2mL | 0,35mL | 0,5mL | 0,65mL | 0,8mL | 0,95mL | 1,1mL | 1,2mL |
|---------------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|-------|
| $\mu\text{g}$ | 120   | 210    | 300   | 390    | 480   | 570    | 660   | 720   |
| 1             | 55    | 150    | 205   | 335    | 462   | 554    | 641   | 732   |
| 2             | 55    | 149    | 204   | 335    | 462   | 554    | 641   | 732   |
| 3             | 55    | 149    | 203   | 335    | 462   | 554    | 641   | 732   |
| 4             | 55    | 148    | 202   | 334    | 461   | 554    | 641   | 731   |
| 5             | 55    | 148    | 202   | 334    | 461   | 554    | 641   | 731   |
| $\bar{x}$     | 55,2  | 148,8  | 203,2 | 334,6  | 461,6 | 554    | 641   | 731,6 |

c) Messwerte der Analysenlösung:

| Nummer  | gemessene Extinktion |     |     |     |     |     |     |     |     |     | $\bar{x}$ |
|---------|----------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----------|
| Probe 1 | 357                  | 358 | 357 | 358 | 357 | 358 | 358 | 358 | 358 | 357 | 357,6     |
| Probe 2 | 344                  | 344 | 344 | 344 | 344 | 344 | 344 | 344 | 343 | 343 | 343,8     |

## Berechnungen:

Mittelwert der gemessenen Extinktion der Probe:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_i x_i$$
$$\Rightarrow \bar{x} = 350,7$$

Standardabweichung:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$
$$\Rightarrow s = 7,0758$$

Vertrauensintervall:

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$$
$$p = 0,95$$
$$t = 2,09$$
$$\mu = 350,7 \pm 3,31$$

$$\begin{aligned}
 x &= 1,1384m - 99,697 && \text{x...Extinktion} \\
 0 &= 1,1384m - 99,697 - x \\
 \hookrightarrow m &= \frac{99,697 + x}{1,1384} \\
 \Rightarrow m &= 390\mu\text{g} && m \cdot 5 = 1950\mu\text{g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 p &= 0,95 \\
 t &= 2,09
 \end{aligned}$$

$$\mu = \underline{\underline{1950\mu\text{g} \pm 2,91\mu\text{g}}}$$

### Diskussion:

Bei der Aufnahme der Kalibrierkurve trat das Problem auf, dass der dritte Messwert relativ weit von der Trendlinie wegliegt und er diese Linie somit auch noch verschiebt (siehe Grafik).

Somit ist die aufgenommene Kalibrierkurve fehlerbehaftet (auch die anderen Messwerte der Standardlösungen liegen nicht auf einer Geraden, so dass die auftretenden Unterschiede zum wahren Wert eine logische Folge sind).