

# Úloha 5: Spektrofotometrická kvantitativní analýza

## Zadané úlohy

1. Sestrojte kalibrační křivku pro spektrofotometrické stanovení koncentrace měďnatých iontů.
2. Stanovením obsahu mědi v neznámém pevném materiálu identifikujte, o jakou sloučeninu se jedná.

## Teoretický úvod

Zařízení, které je využíváno k vypracování této úlohy se nazývá spektrometr. Tento přístroj je založen na získávání monochromatického záření, které vypovídá po průchodu zkoumanou látkou různou intenzitou. V našem případě je použit pro měření absorpance dvoupaprskový spektrofotometrem, ve kterém prochází záření blankem (provoňovacím roztokem) a měřeným vzorkem najednou. K dorpavení fotonů do násobiče je postaráním soustavou zrcadel. Kyvety, kteréžto jsou použity pro roztoky nesmějí absorbovat záření v stanoveném vlnovém rozsahu.

Lambertův-Beerův zákon je vztah mezi absobancí, koncentrací vzorku a absorbujícího prostředí (šířka kyvety).  $A_{\lambda} = \epsilon_{\lambda} \cdot c \cdot l$ , kde  $\epsilon_{\lambda}$  je absorbní koeficient, který je konstantní pro danou látku při vlnové délce záření  $\lambda$ . Platnost tohoto zákona se ověřuje experimentálně, tak že jsou vyneseny hodnoty absorpance naproti naproti koncentrací roztoků. Vynesené bodu se následně lineárně interpolují a vznikne kalibrační křivka.

## Postup

### Příprava standardních roztoků modré skalice

Bylo označeno pět 10ml odměrných baněk. Do připravených baněk bylo odpipetováno spočítané množství  $CuSO_4$  ( $c=0,150$ ) tak, aby byla kádince koncentrace 0,005, 0,010, 0,015, 0,020 a 0,025 M a dolity destilovanou vodou na objem 10 ml. Roztoky v odměrných baňkách byly pořádně promíchány. Připravené roztoky byly přelity do lékovek označených CuA–CuE. Od-sud bylo pomocí automatické pipety přeneseno množství 5,00 ml do nových lékovek po-psaných CuST1–CuST5 a poté k nim přidáno 1,00 ml 5% vodného roztoku amoniaku. Lékovky byly pečlivě uzavřeny a promíchány. Bylo pozorováno, že roztok se zbarvil do výrazně modré.

Vzorek	Pipetovaný objem [ml]	Koncentrace roztoku [mol.dm <sup>-3</sup> ]
1	0,335	0,005025
2	0,665	0,00975
3	1,00	0,015
4	1,35	0,02025
5	1,70	0,0255

Tab. 1: pipetovaný objem a koncentrace vzorků

### Příprava roztoku neznámého vzorku

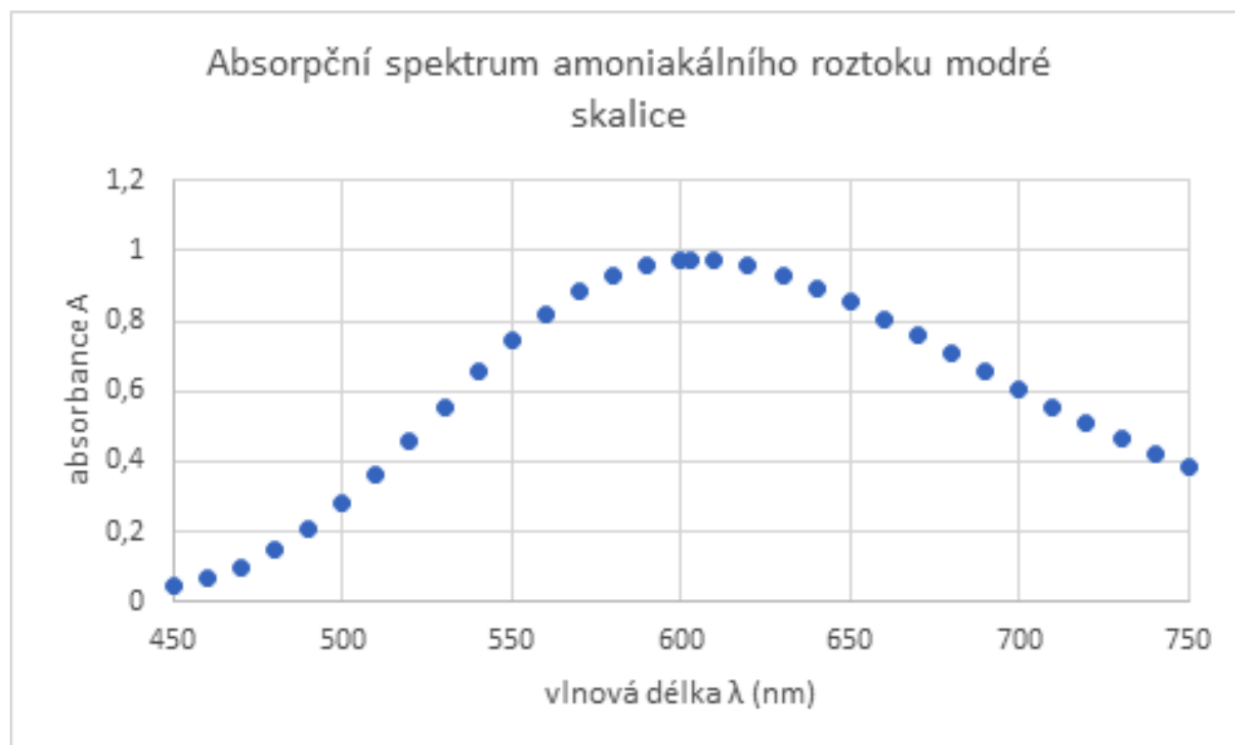
Bylo odváženo 74,7 mg neznámého roztoku číslo 56. Vzorek byl rozpuštěn v destilované vodě v 25 ml odměrné baňce. Z roztoku bylo pipetou odebráno 5,00 ml a poté smícháno s 1,00 ml 5% roztoku amoniaku.

## Příprava referenčního roztoku

Do lékovky bylo odpipetováno 5,00 ml vody a do něj bylo přidáno 1,00 ml 5% roztoku amoniaku.

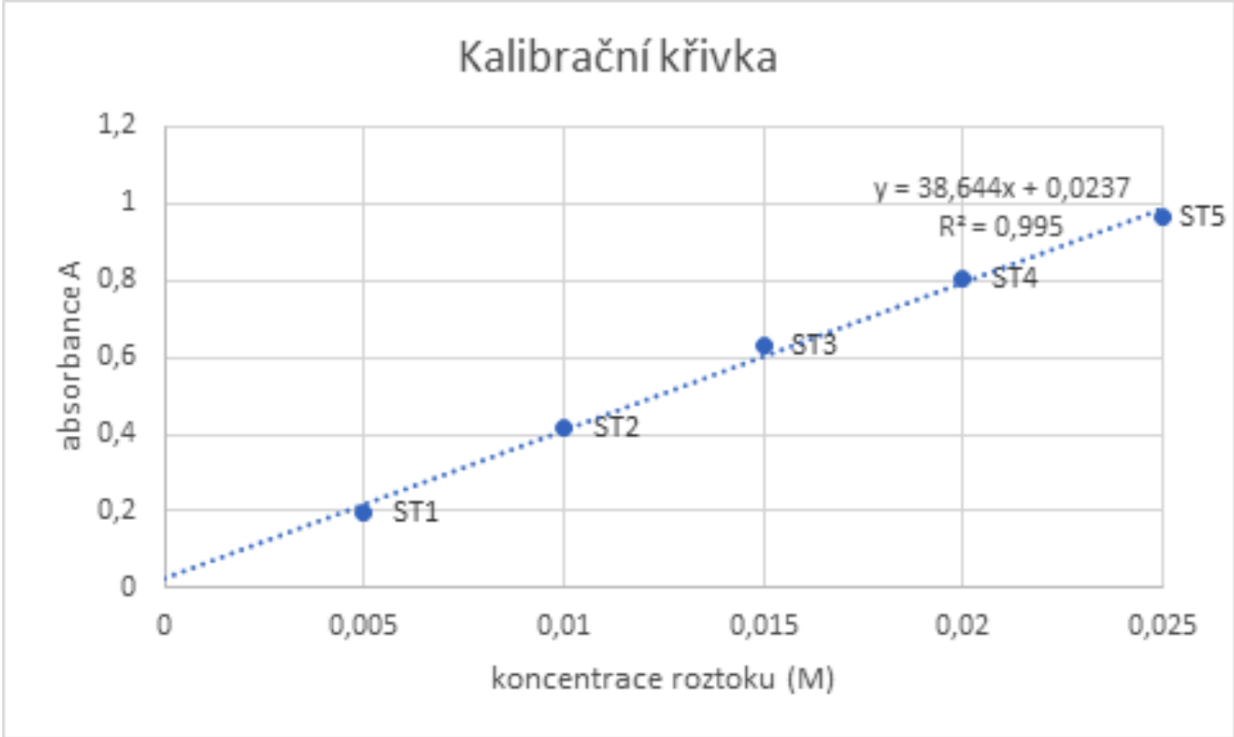
## Zjištění optimální vlnové délky pro měření

Do dvou vypláchnutých kyvet byl vnesen referenční roztok tak, aby hladina byla cca 6 mm pod jejich horním okrajem a kyvety byly vsunuty do přístroje. Nejdříve bylo provedeno „reference“ měření pomocí referenčního roztoku, poté „measure“ měření se stejným roztokem. Takto byla stanovena nulová hodnota absorbance. Dále byla kyveta vypláchnuta a naplněna nejkoncentrovanějším roztokem modré skalice, na základě měření bylo zjištěno absorpční maximum při vlnové délce 603 nm, viz graf Absorpční spektrum amoniakálního roztoku modré skalice.



## Sestrojení kalibrační křivky

Dále byly naměřeny hodnoty absorbance jednotlivých roztoků při vlnové délce rovnající se 603 nm. Podle naměřených hodnot vynesena kalibrační křivka s ve tvaru regresní rovnice:



Naměřené hodnoty

Vzorek	Pipetovaný objem [ml]	Koncentrace roztoku [mol.dm <sup>-3</sup> ]
1	0,335	0,005025
2	0,665	0,00975
3	1,00	0,015
4	1,35	0,02025
5	1,70	0,0255

Tab. 2: pipetovaný objem a koncentrace roztoků

	Koncentrace	Absorbance
ST1	0,005025	0,1959
ST2	0,00975	0,4166
ST3	0,015	0,6300
ST4	0,02025	0,8078
ST5	0,0255	0,9664
CV	0, 013	0,5597

Tab. 3: Absorbance vzorků

## Výpočty

### Molární koncentrace vzorků

$$A_{(CV)} = 0,5597$$

$$y = 38,644 \cdot 0,0237$$

$$\rightarrow y = A$$

$$\rightarrow x = c$$

$$V_{(CV)} = 0,025 dm^3$$

$$\rightarrow c = \frac{A - 0,0237}{38,644}$$

$$c = 0,0139 M$$

### Látkové množství

$$n = c \cdot V$$

$$n = 3,48 \cdot 10^{-4} mol$$

### Molární hmotnost

$$M_{(CV)} = \frac{m}{n}$$

$$M_{(CV)} = 214,65 g \cdot mol^{-1}$$

### Hmotnostní zlomek

$$\omega = \frac{c \cdot V \cdot M_{Cu}}{m}$$

$$\omega = 0,30$$

### Extinkční koeficient

$$A_{(603 nm)} = 0,9664$$

$$c = 0,0255 M$$

$$l = 1 cm$$

$$\rightarrow \epsilon_{(603 nm)} = \frac{A_{(603 nm)}}{c \cdot l}$$

$$\epsilon_{(603 nm)} = 36,90 dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$$

## Závěr

Neznámý vzorek byl s pomocí kalibrační křivky identifikován jako  $CuBr_2$ . Dále byl spočítán extinkční koeficient v absorpčním maximu  $\epsilon_{(603 nm)} = 36,90 dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$ .