

Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů

Aleš Mareček

Výstup RVP: žák se seznámí s moderními metodami kvantitativní analýzy (práce propojuje poznatky z chemie a fyziky); při ředění vzorků jsou trénovány psychomotorické schopnosti – práce vyžaduje vysokou přesnost

Klíčová slova: absorbance, kalibrační křivka

Laboratorní práce

Doba na přípravu:

15 min

Doba na provedení:

90 min

Obtížnost:

střední

Úkol Na základě fotometrického stanovení určete koncentraci kationu přechodného kovu.

1. Na základě měření absorbance připravených roztoků vytvořte kalibrační křivku pro zkoumaný kation.
2. Za využití kalibrační křivky stanovte koncentraci kationu zkoumaného kovu.

Pomůcky **Chemikálie:** pentahydrát síranu měďnatého, heptahydrát síranu nikelnatého, roztok amoniaku, destilovaná voda

Sklo: 2 ks odměrných baněk o objemu 100 cm³, byreta, 2 ks odměrných baněk o objemu 25 cm³, laboratorní stojan, držák na kyvetu

Přístroje: spektrometr SpectroVis Plus, kyvety, počítač s programem Logger Pro

Teoretický úvod

Princip fotometrie Některé látky částečně pohlcují záření, které jimi prochází. „Množství“ dopadajícího záření charakterizuje veličina označovaná jako intenzita. **Intenzitu** záření dopadajícího na vzorek označíme jako I_0 a intenzitu záření, které vzorkem prošlo, jako I . Poměr intenzit prošlého a dopadajícího záření označíme jako propustnost neboli **transmitanci** T .

$$T = \frac{I}{I_0}$$

Transmitance se v některých případech uvádí v procentech. Pro toto vyjádření je třeba hodnotu T získanou jako podíl intenzit dopadajícího a prošlého záření vynásobit stem.

Záporně vzaty dekadický logaritmus propustnosti (transmitance) se označuje jako **absorbance** A .

$$A = -\log T$$

Obě veličiny jsou funkcí vlnové délky a jsou bezrozměrné. **Transmitance** nabývá hodnot od 0 (naprosto nepropustný vzorek) do 1 (zcela propustný vzorek). **Absorbance** nabývá hodnot od 0 (vzorek neabsorbuje) do ∞ (absorbuje všechny vlnové délky).

Graf závislosti absorbance a transmitance na vlnové délce se nazývá **spektrum**. Na osu x je vynesena vlnová délka dopadajícího záření a na osu y hodnota transmitance nebo absorbance.

Absorbance je lineární funkcí koncentrace. V této úloze bude vaším úkolem stanovit koncentraci dvou solí přechodných kovů na základě měření absorbance jejich roztoků. Měďnatý i nikelnatý kation se v roztocích vyskytují oktaedricky koordinovány šesti molekulami vody. Po přidavku amoniaku přechází hexaaquaměďnatý kation na kation tetraammin diaquaměďnatý.

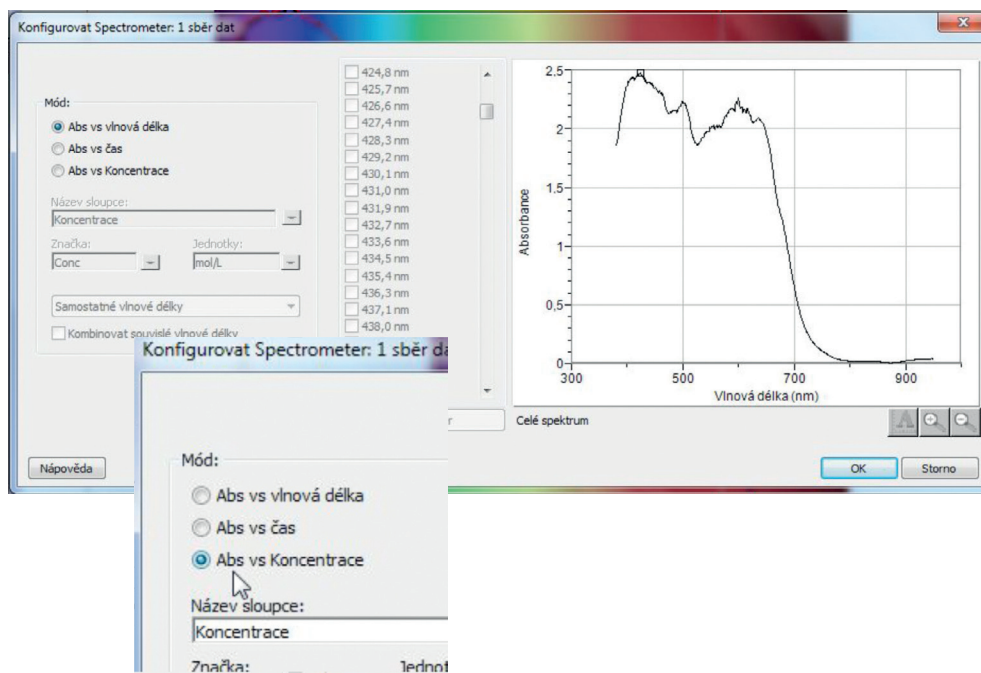
Měření kalibrační křivky Typickou úlohou ve spektroskopii je stanovení koncentrace známé chemické látky v roztoku na základě absorbance nebo transmitance. K tomu je nutno získat kalibrační křivku čili závislost absorbance na koncentraci.

1. Připravte několik roztoků měřené látky v různých **známých** koncentracích.
2. Změřte spektrum jednoho vzorku. Po ukončení sběru dat stiskněte tlačítko **Konfigurovat spektrometr**.

Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů



3. Zobrazí se spektrum měřené látky. V nabídce na levé straně okna zatrhněte **Abs vs Koncentrace**.

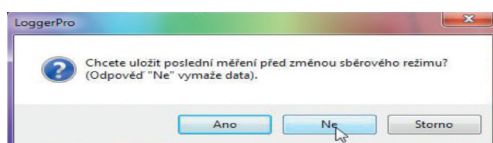


Fotometr vypíše několik vlnových délek, při nichž je absorpce nejvýraznější. Označena je vlnová délka s maximální absorbancí, při které bude fotometr měřit automaticky. Zatržením jiného políčka na levé straně nabídky vlnových délek však můžete zvolit i jinou vlnovou délku.

Pozn.: Je dobré si před laboratorní práci proměřit spektra několika různě koncentrovaných roztoků zkoumané látky a nechat si přístrojem nabídnout vlnovou délku měření. Často se mohou automaticky nabízené vlnové délky pro různé koncentrace lišit. V tomto případě proměřte vzorky pro kalibrační křivku na všech navržených vlnových délkách. Pro další měření použijte vlnovou délku, na které kalibrační křivka nejlépe spojuje naměřené hodnoty absorpance. V některých případech bude nejlépe vyhovovat vlnová délka, kterou jste naměřili při vysoké koncentraci roztoku.

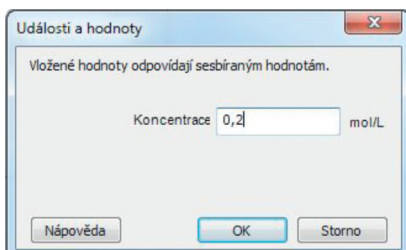
Po volbě vhodné vlnové délky stiskněte tlačítko OK.

4. Následuje dotaz na uložení dat před započítáním režimu sběru dat. Zvolte **Ne**.



Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů

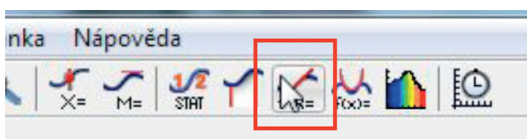
5. Kliknutím na **Sběr dat** zahajte měření.



6. Jakmile přístroj změří absorbanci v první kyvetě, stiskněte tlačítko **Zachovat** a do okna, které se objeví, запиšte hodnotu koncentrace měřeného roztoku. Po stisknutí **OK** můžete vložit další vzorek a 6. krok opakovat.

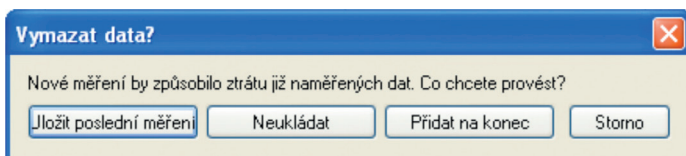


7. Po proměření posledního vzorku stiskněte tlačítko **Zastavit**. Získanými body proložte přímkou (tlačítko **Proložit přímkou**) a kalibrační křivka je hotova.

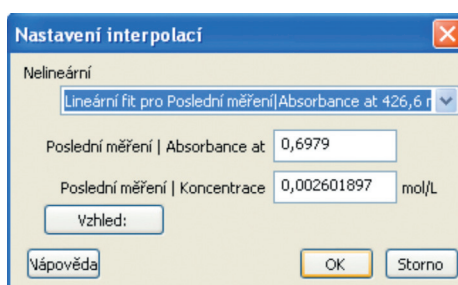
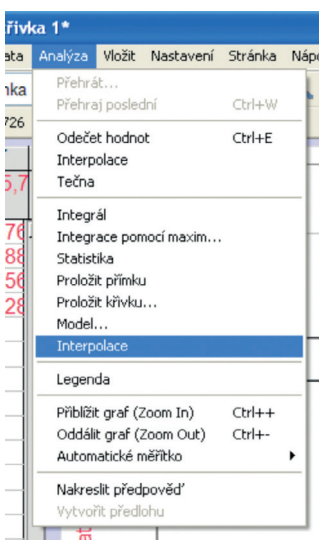


Stanovení koncentrace neznámých vzorků

1. Po vložení kyvety se zkoumaným vzorkem stiskněte opět tlačítko **Sběr dat**. Objeví se nabídka, z níž zvolíte **Přidat na konec**.

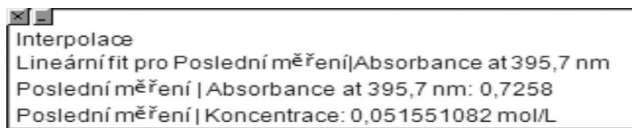


2. Poté, co se v grafu objeví bod, který přísluší měřenému vzorku, zadejte v menu **Analýza** povel **Interpolace** (pozor, **spodním tlačítkem** – jsou tam dvě). Program zobrazí okno s údajem o koncentraci.



Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů

3. Po stisknutí tlačítka **OK** panel zmizí a až po zastavení měření se v grafu objeví zjištěný údaj o koncentraci.



```

Interpolace
Lineární fit pro Poslední měření | Absorbance at 395,7 nm
Poslední měření | Absorbance at 395,7 nm: 0,7258
Poslední měření | Koncentrace: 0,051551082 mol/L
  
```

4. Pro měření koncentračních závislostí, u kterých očekáváte kvantitativní výsledek (stanovení koncentrace), je třeba volit koncentrační rozpětí, pro které nebude (alespoň ne o velkou hodnotu) absorbance přesahovat hodnotu 1.

Vypracování Příprava roztoků

Ionty tetraammin-diaquaměďnaté $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^{2+}$

Navažte 2,495 g pentahydrátu síranu měďnatého a navážku kvantitativně spláchněte do odměrné baňky o objemu 100 cm³. Po rozpuštění soli přidejte koncentrovaný roztok amoniaku do rozpuštění světlemodré sraženiny hydroxidu měďnatého. Pak přidejte ještě 5 cm³ roztoku amoniaku (je třeba, aby byl amoniak v přebytku) V roztoku se nyní vyskytují ionty tetraammin-diaquaměďnaté $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^{2+}$. Roztok doplňte po rysku destilovanou vodou. Připraveným roztokem naplňte byretu a do odměrných baněk o objemu 100 cm³ postupně odměřte 1 cm³, 10 cm³ a 20 cm³ tohoto roztoku. Vypočítejte si látkové koncentrace roztoků.

Před měřením kalibrační křivky pořídte spektra všech připravených roztoků a zjistěte, jaké vlnové délky vám pro měření kalibrační křivky v jednotlivých případech spektrometr navrhuje (nezapomeňte proměřit i neředěný roztok). Pokud se vlnové délky, které spektrometr nabídne pro různé koncentrace, budou lišit, využijte nejprve tu, která bude přístrojem navržena pro koncentrace připravené pro kalibrační křivku. V případě, že bude naměřená křivka vykazovat velké chyby, změřte kalibrační křivku při dalších fotometrem navržených vlnových délkách.

Po naměření kalibrační křivky připravte ze zbývajících roztoku vzorky pro kontrolu kalibrační křivky. **Připravujte vždy koncentrace, které se nacházejí mezi body kalibrační křivky.** Zapište si údaj o objemu použitého zásobního roztoku a koncentraci vypočtenou pro ředění. Tu porovnejte s koncentrací, kterou přístroj odečte z kalibrační křivky. Ze získaných hodnot (teoretické a prakticky naměřené) vypočítejte procentickou odchylku teorie a praxe.

Nyní proměřte vzorek připravený učitelem.

Pozor: Před každým měřením je vhodné kyvetu alespoň dvakrát vypláchnout měřeným roztokem.

Ionty hexaaquanikelnaté $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$

Do odměrné baňky o objemu 100 cm³ kvantitativně spláchněte 2,809 g heptahydrátu síranu nikelnatého a po rozpuštění roztok doplňte po rysku. Připraveným roztokem naplňte byretu a do odměrných baněk o objemu 25 cm³ odměřte postupně 2,5; 5; 10; 15 a 20 cm³. Pak baňky doplňte po rysku destilovanou vodou.

Před měřením kalibrační křivky pořídte spektra všech připravených roztoků a zjistěte, jaké vlnové délky vám pro měření kalibrační křivky v jednotlivých případech spektrometr navrhuje. Postupujte obdobně jako v případě iontů tetraammin-diaquaměďnatých.

Poté proměřte vzorek připravený učitelem.

Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů

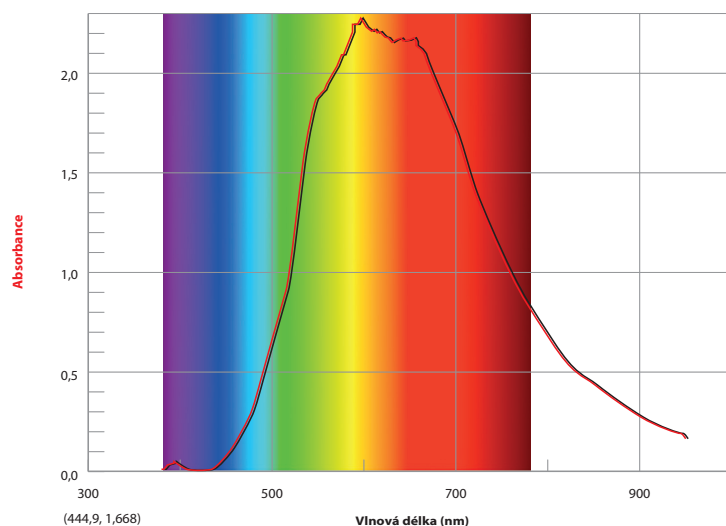
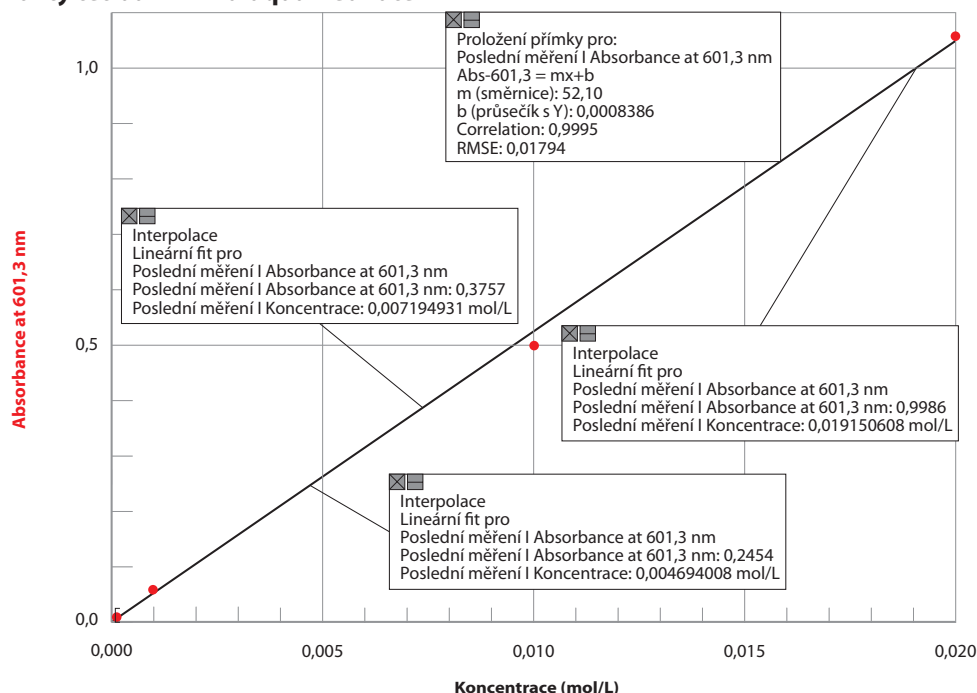
Aleš Mareček

Je dobré žáky rozdělit na dvě skupiny a každou nechat stanovovat pouze jeden kation.

U roztoku tetraammin-diaquaměďnatých iontů zbývá větší množství roztoku, žáci tedy mohou připravit více kontrolních vzorků.

Pro kopírování spektra nebo křivky stačí do jejich plochy kliknout levým tlačítkem myši a použít povel **Ctrl+C**; celý záznam je možno přenést do textového editoru (Wordu). Pokud budou žáci ve Wordu umisťovat spektrum soli na obrázek kalibrační křivky, je dobré, aby po umístění obrázků oba vybrali a po kliknutí pravým tlačítkem myši zvolili z poskytnutých možností nabídku **Seskupit**. Tím zamezí případnému rozpadnutí požadovaného umístění obrázků při zpracování protokolu.

Ukázka výsledků Ionty tetraammin-diaquaměďnaté




Stanovení koncentrace kationtů přechodných kovů
ionty hexaaquanikelnaté
