



**55. ročník**

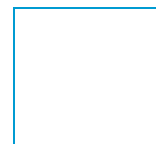
**2018/2019**

**NÁRODNÍ KOLO**

**Kategorie E**

---

**Zadání praktické části – Úloha 2 (30 bodů)**

**PRAKTICKÁ ČÁST****30 BODŮ****Úloha 2 Stanovení  $\text{Cu}^{2+}$  spektrofotometricky****30 bodů**

$\text{Cu}^{2+}$  lze stanovit spektrofotometricky v barevném komplexu, který vzniká reakcí s hexakyanoželeznatanem draselným (stechiometrie komplexu je 2:1 –  $\text{Cu}^{2+}$  - hexakyanoželeznatan). Vzniklý komplex má červenohnědé zbarvení. Připraví se sada kalibračních roztoků o známých koncentracích, u kterých se změří absorbance. Hodnoty absorbancí se vynesou do grafu v závislosti na koncentracích kalibračních roztoků. Změřená absorbance vzorku se použije pro výpočet obsahu  $\text{Cu}^{2+}$  ve vzorku.

**Pomůcky:**

- kádinka na destilovanou vodu 400 ml,
- 2× kádinka 250 ml,
- 3× kádinka 100 ml,
- 2× kádinka 50 ml,
- odměrná baňka 250 ml se zátkou,
- 8× odměrná baňka 50 ml se zátkou,
- byreta 25 ml (lze nahradit dělenými pipetami dle možností),
- byreta na hexakyanoželeznatan draselný 10 ml (lze nahradit dělenými pipetami dle možností),
- 2× stojan s příslušenstvím,
- 2× nálevka do byrety,
- nedělená pipeta 25 ml,
- tyčinka,
- hodinové sklo,
- stříčka,
- pipetovací nástavec,
- buničina,
- spektrofotometr s kyvetami,
- analytické váhy,
- lodička,
- kopista,
- lžička,
- lihový fix,
- ochranné brýle.

**Chemikálie:**

- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , p.a.  $M = 249,686 \text{ g mol}^{-1}$
- $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $w = 1 \%$



**Pracovní postup:**

- 1) Připravte 250 ml standardního roztoku  $\text{Cu}^{2+}$  o koncentraci Cu odpovídající  $250 \text{ mg dm}^{-3}$  z  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .
- 2) Z tohoto standardního roztoku připravte 6 kalibračních roztoků v rozmezí koncentrace Cu  $10\text{--}60 \text{ mg dm}^{-3}$ . Vypočtené objemy standardního roztoku odměřte byretou/pipetou do 50ml odměrných baněk, zředte cca do poloviny baňky destilovanou vodou, přidejte pomocí byrety/pipety 2,0 ml roztoku hexakvanoželeznatanu draselného a doplňte po rysku.
- 3) Stejným způsobem připravte i slepý vzorek.
- 4) Roztok vzorku doplňte v odměrné baňce po rysku a z něj pipetujte 25 ml do 50ml odměrné baňky, zředte cca do  $\frac{3}{4}$  baňky destilovanou vodou, přidejte pomocí byrety/pipety 2,0 ml roztoku hexakvanoželeznatanu draselného. Doplňte po rysku destilovanou vodou.
- 5) Proměřte absorpční křivku vhodně zvoleného kalibračního roztoku proti slepému pokusu v rozmezí vlnových délek  $400\text{--}600 \text{ nm}$  po kroku  $10 \text{ nm}$ . Určete optimální vlnovou délku, při které budete měřit absorbance kalibračních roztoků a vzorku. Výběr zdůvodněte. Při měření se řiďte pokyny organizátorů a návodem k přístroji.
- 6) Při vámi zvolené vlnové délce proměřte kalibrační křivku včetně slepého pokusu i předložený vzorek proti slepému pokusu. Hodnoty absorbancí zapisujte do pracovního listu.
- 7) Naměřené hodnoty absorbancí kalibračních roztoků vynesete do grafu a proveďte lineární regresi.

**PRACOVNÍ LIST****30 BODŮ****Úloha 2 Stanovení Cu<sup>2+</sup> spektrofotometricky****30 bodů**

- 1) Zapište rovnici chemické reakce, která dovoluje spektrofotometrické stanovení Cu<sup>2+</sup>.

Chemická rovnice:

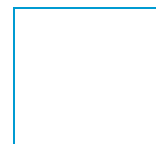
**body:**

- 2) Vypočítejte navážku CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O pro přípravu standardního roztoku Cu<sup>2+</sup> o koncentraci Cu odpovídající 250 mg dm<sup>-3</sup>.

$$M_{\text{Cu}} = 63,546 \text{ g mol}^{-1}$$

Výpočet:

Hmotnost CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O: ..... g**body:**



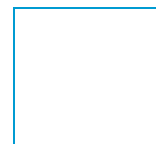
- 3) Uvedte výpočet objemu standardního roztoku pro přípravu prvního kalibračního roztoku. Všechny vypočtené objemy uveďte v tabulce.

Výpočet pro první kalibrační roztok:

Tabulka objemů standardního roztoku pro přípravu kalibračních roztoků (objemy uvádějte v  $\text{cm}^3$ )

|                                       |     |  |  |  |  |  |  |
|---------------------------------------|-----|--|--|--|--|--|--|
| $c_{m,\text{Cu}} / \text{mg dm}^{-3}$ | 0   |  |  |  |  |  |  |
| $V_{\text{std}} / \text{cm}^3$        | 0,0 |  |  |  |  |  |  |

**body:**



- 4) Zapište hodnoty naměřených absorbcí pro zvolený kalibrační roztok v rozmezí 400–600 nm. Vyberte vhodnou vlnovou délku a svůj výběr zdůvodněte.

Tabulka naměřených absorbcí pro vlnové délky v rozmezí 400–600 nm:

| $\lambda / \text{nm}$ | $A / 1$ | $\lambda / \text{nm}$ | $A / 1$ | $\lambda / \text{nm}$ | $A / 1$ | $\lambda / \text{nm}$ | $A / 1$ |
|-----------------------|---------|-----------------------|---------|-----------------------|---------|-----------------------|---------|
| 400                   |         | 460                   |         | 510                   |         | 560                   |         |
| 410                   |         | 470                   |         | 520                   |         | 570                   |         |
| 420                   |         | 480                   |         | 530                   |         | 580                   |         |
| 430                   |         | 490                   |         | 540                   |         | 590                   |         |
| 440                   |         | 500                   |         | 550                   |         | 600                   |         |
| 450                   |         | /                     | /       | /                     | /       | /                     | /       |

Zvolená vhodná vlnová délka: ..... nm

Zdůvodnění:

**body:**

- 5) Zapište do tabulky naměřené hodnoty absorbcí kalibračních roztoků i vzorku.

| $c_{\text{m,Cu}} / \text{mg dm}^{-3}$ | 0 |  |  |  |  |  |  | vzorek |
|---------------------------------------|---|--|--|--|--|--|--|--------|
| $A / 1$                               |   |  |  |  |  |  |  |        |



- 6) Sestrojte graf kalibrační křivky, proveďte lineární regresi a graf uložte na disk podle pokynů organizátorů. Součástí hodnocení je správně sestrojený graf.

Součástí řešení je uložený/é graf/y dle pokynů organizátorů.

**body:**

- 7) Zapište rovnici lineární regrese a vypočítejte obsah  $\text{Cu}^{2+}$  v  $\text{mg dm}^{-3}$  v původním vzorku.

Rovnice lineární regrese:

Výpočet:

Obsah  $\text{Cu}^{2+}$ : .....  $\text{mg dm}^{-3}$

**body:**

- 8) Jak se triviálně nazývá vzniklá červenohnědá sloučenina?

Triviální název:

**body:**

- 9) Vysvětlete podstatu tohoto stanovení – proč lze tuto sloučeninu použít pro spektrofotometrické stanovení  $\text{Cu}^{2+}$  a za jakých podmínek?

Vysvětlení:

**body:**



- 10) Vypočítejte, jaký je maximální obsah  $\text{Cu}^{2+}$  v  $\text{mg dm}^{-3}$ , který lze ještě stanovit spektrofotometricky touto metodou při daném přídávku 2,0 ml 1%  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  ( $M_r = 368,342$ ; hustotu tohoto roztoku uvažujte  $1,00 \text{ g cm}^{-3}$ ).

$pK_s(\text{červenohnědá sloučenina}) = 8,02$ ;  $A_r(\text{Cu}) = 63,546$

Výpočet:





Obsah  $\text{Cu}^{2+}$ : .....  $\text{mg dm}^{-3}$

**body:**

**11)** Hodnocená je i technika práce, používání ochranných prostředků a pořádek na pracovním místě.

Za laboratorní techniku a způsob práce v laboratoři jste také hodnoceni. Maximum bodů, které zde můžete získat, jsou 2. Bodové srážky po 0,25 bodu udělují organizátoři zejména za nepořádek na laboratorním stole, nedodržení bezpečnosti práce, absenci ochranných pomůcek, chybnou techniku práce.

**body:**