

Úloha č.: 9	Jméno:	Datum:
Název úlohy:		
Stůl č.: 1	Skupina:	Hodnocení:

Princip a cíle úlohy:

Stručný popis toho, na čem je dané stanovení založeno. Pozornost by měla být věnována zejména **principu použité metody** (v případě titračního stanovení určité rovnice titrace, v případě instrumentálních metod fyzikální princip dané metody).

Popsat, co je **cílem daného cvičení** a jakým způsobem tohoto cíle dosáhnete.

Postup:

**Stručný popis postupu prací**, které jste během laboratorního cvičení provedli a které vedly k dosažení výsledků. Tato kapitola obsahuje **skutečné hodnoty** (navážky, pipetované objemy, všechna ředění,...), která jsou nutná pro výpočet.

Zdůrazněny jsou případné odchylky od postupu uvedeného v návodech.

Výsledky:

**Naměřené hodnoty** (objemy u titrací, absorbance u fotometrických měření,...) zapisujte do **přehledných tabulek**, které obsahují i **výsledky** vyplývající z naměřených hodnot. Pod tabulkou jsou uvedeny **vzorové výpočty**, které jste využili.

a) titrační stanovení

Titrace	V <sub>CH III</sub> (ml)	n <sub>Ca</sub> (mmol)	c <sub>Ca</sub> (mg/l)
1	2,50	0,13078	52,415
2	2,45	0,12816	51,366
3	2,40	0,12554	50,318
Průměr	2,45	0,12816	<b>51,4</b>
R	0,10	0,00524	2,097
SD	0,059	0,00310	1,2

Tabulka 1 : Spotřeba Chelatonu 3 při chelatometrickém stanovení Ca<sup>2+</sup> ve vodách.

Vzorové výpočty:

Výpočet hmotnostní koncentrace Ca v neznámém vzorku a nejistoty stanovení

$$n_{Ca} = c_{ch3} \times V_{ch3} = 0,05231 \times 2,45 = 0,12816 \text{ mmol}$$

$$c_{Ca} = \frac{n_{Ca} \times M_{Ca}}{V_{vz}} = \frac{0,1286 \times 40,08}{0,1} = 51,366 \text{ mg/l} = \mathbf{51,4 \text{ mg/l}}$$

$$R = \max - \min = 52,415 - 50,318 = 2,097 \text{ mg/l}$$

$$\mathbf{SD} = R \times k_n = 2,097 \times 0,591 = 1,239 \text{ mg/l} = \mathbf{1,2 \text{ mg/l}}$$

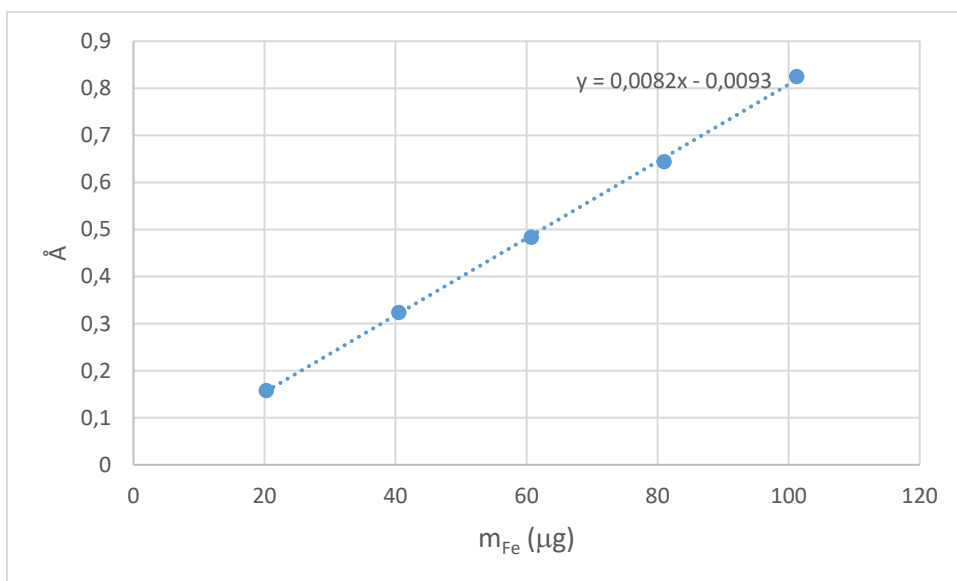
## b) využití kalibrační závislosti

V případě, že v rámci cvičení měříte kalibrační závislost, uvádíte jak naměřené hodnoty kalibračních roztoků ve formě přehledné tabulky, tak i kalibrační graf. **Kalibrační tabulka** obsahuje **skutečné množství analytu** v měřených roztocích vypočítané z navážky standardu (základní látky).

U kalibračního grafu využíváme bodový graf, kdy **jednotlivé body nejsou spojovány**. Body kalibračního grafu prokládáme (nejčastěji lineární funkcí). Směrnici kalibrační závislosti uvádíme aspoň a dvě platné číslice. Pokud nebylo testem zjištěno, že úsek na ose y je nevýznamný, musí být úsek na ose y vždy uveden.

$V_{\text{Fe}}$ (ml)	$m_{\text{Fe}}$ ( $\mu\text{g}$ )	A
2	20,24	0,158
4	40,48	0,324
6	60,72	0,484
8	80,96	0,644
10	101,18	0,825

Tabulka 2 : Kalibrační závislost absorbance roztoků na množství Fe.



Obrázek 1: Kalibrační závislost absorbance roztoků na množství Fe.

měření	A	$m_{\text{Fe}}$ ( $\mu\text{g}$ )	$c_{\text{Fe}}$ (mg/l)
1	0,125	16,38	1,638
2	0,120	15,77	1,577
3	0,121	15,89	1,589
Průměr	0,122	16,01	<b>1,601</b>
R	0,005	0,61	0,061
SD	0,0030	0,36	0,036

Tabulka 3: Měření absorbance neznámého vzorku

Vzorové výpočty:

Výpočet množství Fe v kalibračním roztoku

navážka základní látky:  $m_{zl} = 7,0254 \text{ g } (\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$  v 1 l =>

$$c_{zl} = 7,0254 \text{ g/l } (\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$$

$$m_{Fe} = c_{zl} \times \frac{M_{Fe}}{M_{zl}} \times V = 7,0254 \times \frac{55,85}{392,14} \times 0,002 = 0,002001 \text{ g} = 2,001 \text{ mg}$$

Výpočet množství, koncentrace Fe ve vzorku a nejistoty stanovení

rovnice kalibrační závislosti:  $A = 0,0082m_{Fe} - 0,0093$

$$m_{Fe} = \frac{0,122+0,0093}{0,0082} = 15,89 \text{ } \mu\text{g} \text{ v } 10 \text{ ml vzorku}$$

$$c_{Fe} = \frac{m_{Fe}}{V_{vz}} = \frac{15,89}{0,01} = 1589 \text{ } \mu\text{g/l} = \mathbf{1,589 \text{ } \mu\text{g/l}}$$

$$SD_{Fe} = (\max(c_{Fe}) - \min(c_{Fe})) \times k_n = (1,638 - 1,577) * 0,591 = 0,03605 \text{ mg/l} = \mathbf{0,036 \text{ mg/l}}$$

Závěr: V závěru uvěďte konečný výsledek ve formě: (**průměr**; *SD*), kde *SD* je zaokrouhlena na 2 platné číslice a průměr je zaokrouhlen na ten řád číslice, na který je zaokrouhlena *SD*. Výsledek je uveden v těch jednotkách, které jsou uvedeny v cílech cvičení.