

KVANTITATIVNÍ ANALÝZA

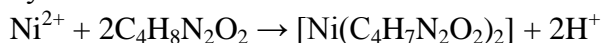
Detailní návody budete mít k dispozici. Před zahájením laborování je potřeba spočítat navážky (vyjma TLC a gravimetrie), spočítá si každý na začátku cvičení. Po ukončení pokusu je potřeba spočítat výtěžky a relativní chybu (vyjma TLC). Výsledky mi nahlásíte.

Protokol:

- 1. Jméno, datum, název úlohy (dle Vás)**
- 2. Pomůcky**
- 3. Chemikálie**
- 4. Stručný princip**
- 4. Postup - bodově**
- 5. Výpočty (všechny, které souvisí s úlohou, navážky, výtěžky atd., včetně zapsání chemických rovnic)**
- 6. Závěr (shrnutí a zamyšlení se nad vznikem případných chyb)**

1.) Stanovení niklu ve formě dimethylglyoximátu nikelnatého

Soli nikelnaté se vylučují v amoniakálním prostředí alkoholickým roztokem dimethylglyoximu jako červený dimethylglyoximát nikelnatý chelátové struktury, který se po vysušení váží.

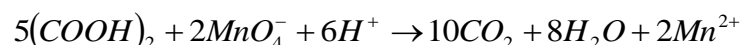


2) Stanovení obsahu Fe v neznámém vzorku pomocí manganometrie

a) Standardizace odměrného roztoku KMnO_4

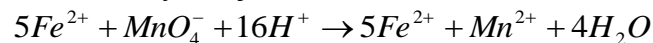
Předem připravený roztok KMnO_4 standardizujeme na kyselinu šťavelovou.

Princip standardizace vystihuje rovnice:

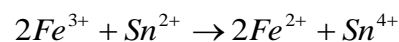


b) Stanovení železa

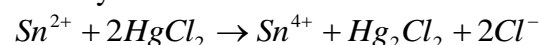
Stanovení vystihuje rovnice:



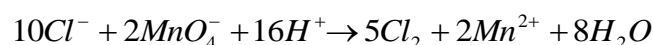
Předložené vzorky železnatých solí obsahují vždy i ionty železité, které musíme před vlastním titračním stanovením zredukovat na Fe^{2+} . Toho dosáhneme přidáním SnCl_2 :



Přebytečný SnCl_2 by rušil při stanovení, a proto jej zoxidujeme HgCl_2 , opět přidáním v nadbytku:



Chloridové ionty ruší stanovení, protože ionty železa usnadňují jejich oxidaci manganistanem na elementární chlor:



Tuto nežádoucí reakci eliminujeme tím, že do titrovaného roztoku přidáváme směs síranu manganatého, kyseliny sírové a kyseliny fosforečné ve formě tzv. Reinhardt-Zimmermannova roztoku.

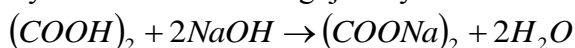
3.) Stanovení množství vápenatých a hořečnatých iontů ve vzorku

- a) Příprava odměrného roztoku (250 ml 0,05 M EDTA)
- b) Příprava 250 ml 0,05 M $Pb(NO_3)_2$
- c) Standardizace EDTA pomocí $Pb(NO_3)_2$
- d) Stanovení hořčíku a vápníku ve směsi

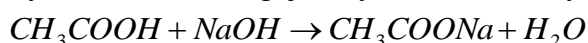
4.) Stanovení kyseliny octové v octu.

- a) Příprava odměrného roztoku NaOH
- b) Příprava roztoku dihydrátu kyseliny šťavelové
- c) Standardizace odměrného roztoku NaOH

Kyselina šťavelová reaguje s hydroxidem sodným podle rovnice:



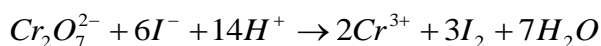
Kyselina octová reaguje s hydroxidem sodným ve smyslu:



5.) Stanovení obsahu kyseliny askorbové v neznámém vzorku pomocí jodometrie

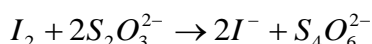
- a) Příprava 250 ml 0,1 M $Na_2S_2O_3$
- b) Standardizace odměrného roztoku $Na_2S_2O_3$ dichromanem draselným

Základní látkou pro standardizaci odměrného roztoku thiosíranu je dichroman draselný. Ten se nejprve převede přidávkem velkého nadbytku jodidu na odpovídající množství jodu:



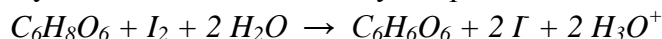
Aby reakce proběhla kvantitativně, je nutno roztok okyselit.

Vzniklý I_2 titrujeme thiosíranem na škrobový maz:



- c) Standardizace odměrného roztoku jodu thiosíranem sodným
- d) Stanovení kyseliny askorbové

Kyselinu askorbovou lze v kyselém prostředí oxidovat jodem na kyselinu dehydroaskorbovou:



6.) Chromatografie rostlinných barviv na tenké vrstvě

- a) extrakce barviv pomocí Soxhletova extraktoru
- b) chromatografie barviv

7.) Srážecí titrace

Úloha ve skriptech ke cvičení z analytické chemie od doc. Jančáře (Vincentka)

