

Cvičení 1+2

Organizační věci: lékárnička, bezpečnost práce:

Povinné jsou ochranné brýle, umělé **NEHTY nejsou v souladu s předpisy o bezpečnosti práce – manipulace s ohněm, pipetování: jak pipetovat? – pro nasávání používat balónek, pro přesné odpouštění – prst!**

LABORATORNÍ DENÍK.....BUDE SE KONTROLOVAT A VYHAZOVAT

Skripta:

Opatřilová, Jampílek, Liška - Návody do cvičení z analytické chemie. Kvantitativní analýza, ÚCHL, Brno 2007

- Pracuje se ve dvojicích
- Váhy podle stolů (čtveřice)
- protokoly.....
- od dubna instrumentální metody ve skupinách podle rozpisu

GRAVIMETRIE, podle návodů, úloha 7.1, str. 21-24

- hned začneme žíhat kelímek podle Obr. 7.5, 30-40 minut! (potřebujeme stojan, triangl, kelímek, kleště)
- Opatrně manipulujeme s exsikátorem, nosíme ho do váhovny i s vychladlým kelímkem uvnitř
 - Ukázat filtraci – ale nefiltrovat koloidní sraženinu!, stačí čirý barevný roztok
 - vysvětlit dekantaci – dekantovanou kapalinu nevylévat, ale už filtrovat přes filtr!
 - do váhovny se chodí s exsikátorem s **vychladlým** kelímkem!

Cvičení 3+4

VOLUMETRIE- zpětná titrace 8.1.B., podle návodu, úlohy 8.1.A-C, str.25-36

vzorek: nerozpustný uhličitan

presné koncentrace odměrných roztoků nejsou známy: **cca 0,1 M**

postup:

provádí se standardizace obou odměrných roztoků NaOH a HCl

VYSVĚTLIT ROZDÍL MEZI PŘÍBLIŽNOU A SKUTEČNOU NAVÁŽKOU / OBJEMEM

standardizace:

1) pro HCl: str.32 na pevný hydrogenuhličitan sodný navážíme a spláchneme do titr. baňky VE VÁHOVNĚ, před ekvivalencí krátce povaříme

2) pro NaOH – str. 36 na HCl z kroku 1/, pipetujeme 10,00 nebo 20,00 ml.

Vzorek - str.33

navážíme a spláchneme do titr. baňky VE VÁHOVNĚ, přelijeme nadbytkem

(50 ml) odm. roztoku HCl, titrujeme alkalimetry

bude zadán konkrétní uhličitan, např. CdCO_3 a doporučená navážka (0,2 nebo 0,4 g)

výsledek uvádět v % na 2 d.m.

pozn.:

indikátoru 2-3 kapky

spotřeba se odečítá s přesností na 0,01 ml, tj. např. 14,14 nebo 14,11 nebo 14,18 ml jedna polovina si standardizuje kyselinu / druhá hydroxid, pak se vystřídají.

ukázat:

- jak odebírat pipetou: proplachování pipety; pipetovat s balónkem nebo s pístovým nástavcem, po rysku PRSTEM, 7s, 3x ťuknout o stěnu
- jak titrovat – bez nálevky nahoře + přechod methylované (červená-oranžová-žlutá) DÁT NA OKNO, lepší bromthymolová modř (žlutá-modrá)-citlivá na zahřívání???
- průměrujeme (zaokrouhlujeme) až výsledky!

Příprava 0,1M-HCl:

$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ g/mol}$

Komerčně dodávaná koncentrovaná HCl má obvykle obsah 35-38 hmotnostních % HCl a hustotu $\rho = 1,174-1,189 \text{ g/ml}$. Váleckem odměříme cca 8,5 ml koncentrované HCl a v odměrné baňce doplníme vodou na výsledný objem 1 litr.

Příprava 0,1M-NaOH:

$M(\text{NaOH}) = 40,00 \text{ g/mol}$

Pecičky pevného hydroxidu sodného jsou silně hygroskopické a absorbují oxid uhličitý ze vzduchu; navíc mohou obsahovat i další nečistoty. Připravíme proto roztok přibližné koncentrace 0,1M, který musíme standardizovat. Uhličitanu prosté roztoky NaOH se připravují z 50% NaOH, ve kterém je uhličitan sodný prakticky nerozpustný. Na předvázkách se naváží cca 8,5 g číreho 50%ního

Standardizace 0,1M-HCl na uhličitan sodný

$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 105,99 \text{ g mol}^{-1}$

Silná kyselina HCl rozkládá uhličitan sodný za vzniku neutrální soli NaCl a slabé nestálé kyseliny H_2CO_3 , která se rozkládá na oxid uhličitý a vodu

$\text{CO}_3 + 2 \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{H}_2\text{CO}_3 \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

roztoku NaOH (odebere se z vnitřku zásobního roztoku pipetou s pístovým nástavcem) a doplní převařenou destilovanou vodou na objem 1 litr.

Cvičení 5+6

organizační věci:

příště začnou 4 „instrumentální metody“ – rotace – práce po skupinách, plán je vyvěšen v MOODLu, budou tam i návody pro HPLC a CE

Komplexometrické titrace – chelatometrie

Teorie chelatometrie

Chelaton 3 = H_2Y $M(C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2 H_2O) = 372,24 \text{ g/mol}$
vždy vznikají komplexy 1:1 [MY], $F_t=1$

z chelatonu se odštěpí H^+ , proto nutné pufrování! Zde bude použit methen-amin=urotropin=hexamethylen-tetra amin
metalochromní indikátory tvoří méně stabilní komplexy s analytem (kovem) – v bodě ekvivalence je analyt (kov) vyvážen Chelatonem do [MY]

Postup

podle návodu 8.3, str.55- 58

je tam ale chybný přechod na str.56: Xylenolová oranž, poslední řádek pH<6 citr. žlutá pH>6 červenofialová (je to acidobazický přechod volného indikátoru!)

na str. 55 je chybný vzorec Chelatonu III – chybí 4x methylen $-CH_2-$ – xylenolová oranž není ve směsi s NaCl ale KNO_3

POZOR !

- nádobí je znečištěno hydrolyzátem Bi^{3+} – umýt kyselinou !
- v případě bílého zákalu při převodu vzorku do baňky – nutno přidat kyselinu dusičnou – hydrolyzáta!
- Urotropin se váží na předvážkách v laboratoři přímo do titr. baňky

úloha 8.3 str. 57-58: současné stanovení Bi^{3+} a Zn^{2+} na xylenolovou oranž

studentům se zadává:

1/ objem odměrného roztoku (270/280/300/320) ml , vždy přibl. koncentrace

0,02M, připraví do odměrného válce, vypočít. navážku váží ve váhově

2/ co budou stanovovat (Bi, $Bi(NO_3)_3$, $BiCl_3$ nebo Zn, $Zn(NO_3)_2$, $ZnCl_2$)

Toto je nové:

STANDARDIZACE a stanovení se stejným indikátorem! Stand. látka pro stanovení přesné koncentrace OR je $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$ (síran zinečnatý) $M= 287,544 \text{ g/mol}$

1. Příprava 0,02M zásobního roztoku základní látky $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$

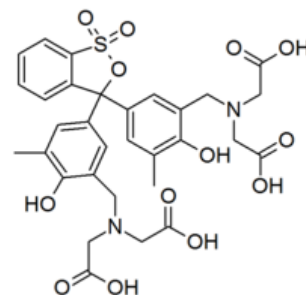
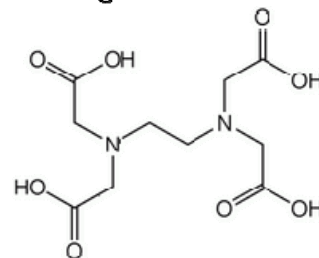
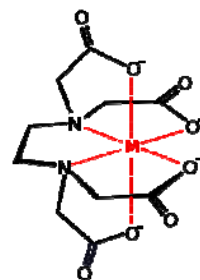
Přesně navážené vypočítané množství $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$ se rozpustí v destilované vodě přelije kvantitativně do odměrné baňky na 100 ml předem okyselené 2-3 kapkami 2M- HNO_3 (zabrání hydrolyze) a doplní po rysku destilovanou vodou a řádně promíchá.

2. Standardizace Chelatonu 3

Odpipetujte 10/20 ml roztoku $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$, přidejte cca **0,5 g** urotropinu a špetku indikátoru= XYLENOLOVÁ ORANŽ (pevný ve směsi s KNO_3 1:99). Zřed'te vodou na objem asi 100-150 ml. Roztok se zbarví červenofialově. Titrujte odměrným roztokem Chelatonu 3 do citronově žlutého zbarvení. Tato standardizace se provádí podobně jako titrace vzorku (Skripta str. 58), ale bez Bi a jen s 0,5 g urotropinu!

3. titrace vzorku nutno přidat tolik urotropinu, aby zmizela žlutá (pokud přidávali HNO_3 , může to být i více než 3g, ale nepřehánět). Zbytečně neředit a nepřidávat příliš XO pak je barva spíše jahodová!

Hlásí se výsledek: g sloučeniny Bi^{3+} + g sloučeniny Zn^{2+}



Cvičení 7-14

Návody do cvičení z analytické chemie

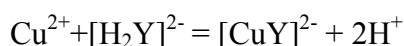
Jampílek, Opatřilová, Liška, FaF Brno 2007

+nové návody budou na Moodle

Fotometrické stanovení

úloha 2, str. 13-14

Fotometrické stanovení mědi Chelatonem III pomocí kalibrační křivky



0,05M CuSO₄, Chelaton III, pufr

ROZDÍLY: měří se ve fotometrické laboratoři 345 na fotometrech HP8453

postup:

- změření absorpčního spektra komplexu (400-740 nm) – výběr A(max)
- změření závislosti absorpance na pH – výběr pH
- změření závislosti absorpance na koncentraci Chelatonu3 – výběr c(Ch3)
- změření kalibrační závislosti A vs. c(Cu) za optimálních podmínek
- stanovení Cu²⁺ v neznámém vzorku

pozn.:

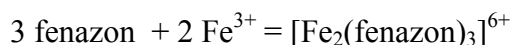
měření absorpance vždy proti slepému vzorku!

grafy vynášet na milimetrový papír

výsledek: mg mědi / 100 ml roztoku, který dostali

úloha 3, str. 15-16

Stanovení fenazonu v Antipyrinu železitými ionty pomocí kalibrační křivky



činidlo = okyselený roztok Fe(NO₃)₃

postup:

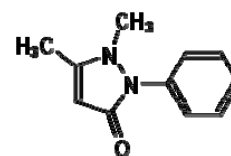
- změření kalibrační závislosti A vs. c(fenazon) při 460 nm – **udělat 3x (15 bodů)**
- stanovení antipyrinu v neznámém vzorku

pozn.:

měření absorpance vždy proti slepému vzorku!

ROZDÍLY: měří se na ve fotometrické laboratoři 345 na fotometrech HP8453 do 50 ml odměrky splachujeme **0,2 g fenazonu**

výsledek: mg fenazonu ve vzorku



M=188,226

Potenciometrická titrace

- úloha 9, str. 36-37

Stanovení kyseliny fosforečné



dva body ekvivalence $V_2=2*V_1$

výsledek jako průměr „obou“ titrací (jakoby pro 2 titrace, dva různé F_t)

provádět numerické vyhodnocení dle Hahna, grafické není přesné!

rozdíly:

1. vzorek kvantitativně převedeme do odměrné baňky 100 ml a pak
2. k titraci odběr 20 ml + 80 ml vody
3. potenciál u titrační křivky klesá až k záporným hodnotám!
4. výsledek: g kyseliny ve vzorku

- úloha 10, str. 38-39

Stanovení halogenidů

rozdíly:

1. k titraci odběr 20 ml
2. AgNO_3 $c=0,05 \text{ M}$
3. potenciál u titrační křivky roste, velikost skoku je úměrný koncentraci (Nernst-Petersova rovnice!)
4. výsledek: g KI, g KBr, g KCl

pozn.:

u kombinovaných elektrod musí být ponořena diafragma!

dělat si vždy tabulku

spotřeba (ml) | potenciál (mV)

první titrace je orientační, další dvě s krokem 0,2 ml u skoků – pozor, je potřeba mít pár bodů i za skokem (numerické vyhodnocení dle Hahna!); do grafu vynášíme průměr posledních dvou

Separční metody

HPLC

Měří se v laboratoři 047 na přístroji YL9100

Stanovení kofeinu a kyseliny acetylsalicylové v Acifeinu™ pomocí vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) na reverzní fázi

CE

Měří se v laboratoři 047 na přístroji CE3D Agilent a PRINCE

Stanovení kyseliny acetylsalicylové v Acifeinu™ pomocí kapilární elektroforézy (CE)