

Coulometrie (C)

stanovení hydrochinonu coulometrickou titrací s biampérometrickou indikací konce titrace

anodická oxidace

$$2\text{Br}^- \rightarrow \text{Br}_2 + 2\text{e}^-$$

$$\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2 + \text{Br}_2 \rightarrow \text{C}_6\text{H}_4(\text{O})_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{Br}^-$$

$Q = z \cdot F \cdot n$
 $F = 96485 \text{ C/mol}$

elektrolytická nádobka
generační elektrody
generační proud 3,0 mA
indikační elektrody s 0,15 V
indikační proud 0,15 μA
katoda: $\text{Br}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Br}^-$
anoda: $2\text{Br}^- \rightarrow \text{Br}_2 + 2\text{e}^-$

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Potenciometrie s iontově selektivní elektrodou (ISE)

stanovení NO_3^- nebo F^- iontově selektivní elektrodou

standardní roztoky
200, 100, 50, 20 a 10 mg NO_3^-/L
 $1,0 \cdot 10^{-1}$, $1,0 \cdot 10^{-2}$, $1,0 \cdot 10^{-3}$, $1,0 \cdot 10^{-4}$ a $1,0 \cdot 10^{-5}$ mol F/L

dusičnanová iontově selektivní elektroda
 $E_{\text{ISE}} = K_{\text{ISE}} - 0,059 \cdot \log[\text{NO}_3^-]$

fluoridová iontově selektivní elektroda
 $E_{\text{ISE}} = K_{\text{ISE}} - 0,059 \cdot \log[\text{F}^-]$

referenční elektroda
 $E_{\text{MS}} = + 0,615 \text{ V}$
 $E_{\text{SCE}} = + 0,240 \text{ V}$

$U = E_{\text{ISE}} - E_{\text{MS}}$
 $U = E_{\text{ISE}} - E_{\text{SCE}}$

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Plynová chromatografie (GC)

separace O_2 a N_2 ze vzduchu plynovou chromatografií
plynový chromatograf

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Spektrofotometrie (Sp)

stanovení kyseliny acetylsalicylové v acylpyrinu

hydrolyza kyseliny acetylsalicylové

$$\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})(\text{OOCCH}_3) + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_4(\text{COONa})(\text{OH}) + \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$$

vybarvení salicylanu sodného

$$\text{C}_6\text{H}_4(\text{COONa})(\text{OH}) + \text{Fe}^{3+} \xrightarrow{\text{H}^+} \text{C}_6\text{H}_4(\text{COO}^-)(\text{O}^-) \text{Fe}^{3+} + \text{Na}^+ + \text{H}^+$$

5 mM $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ve 12 mM H_2SO_4

fialový komplex absorbující při 525 nm
salicylan sodný jako standard
Lambertův-Beerův zákon $A_\lambda = \epsilon_\lambda \cdot d \cdot c$
kalibrační přímka $A = a + b \cdot c$

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Metoda standardního přidavku neboli Metoda přidavku standardu

metoda kalibrační přímky

1. baňka: 1 ml standardu
2. baňka: 2 ml standardu
3. baňka: 3 ml standardu
4. baňka: 4 ml standardu
5. baňka: 5 ml standardu
6. baňka: 5 ml hydrolyzátu

metoda standardního přidavku

1. baňka: 2 ml hydrolyzátu
2. baňka: 2 ml hydrolyzátu + 1 ml standardu
3. baňka: 2 ml hydrolyzátu + 2 ml standardu
4. baňka: 2 ml hydrolyzátu + 3 ml standardu
5. baňka: 2 ml hydrolyzátu + 4 ml standardu

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Extrakce (Ex)

a) prekoncentrace Fe^{3+} extrakcí na pevné fázi
b) spektrofotometrické stanovení Fe^{3+}

katex Dowex 50 W jako pevná fáze

převedení katexu do H^+ cyklu 2M HCl

$$(\text{s})\equiv(\text{SO}_3\text{Na})_3 + 3\text{HCl}(\text{aq}) \rightarrow (\text{s})\equiv(\text{SO}_3\text{H})_3 + 3\text{Na}^+(\text{aq})$$

extrakce a prekoncentrace Fe^{3+} na katexu

$$(\text{s})\equiv(\text{SO}_3\text{H})_3 + \text{Fe}^{3+}(\text{aq}) \rightarrow (\text{s})\equiv(\text{SO}_3)_3\text{Fe} + 3\text{H}^+(\text{aq})$$

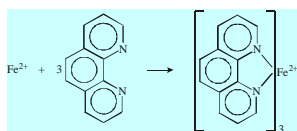
uvolnění Fe^{3+} 2M HCl

$$(\text{s})\equiv(\text{SO}_3)_3\text{Fe} + 3\text{HCl}(\text{aq}) \rightarrow (\text{s})\equiv(\text{SO}_3\text{H})_3 + \text{FeCl}_3(\text{aq})$$

Analytická chemie 9.7.2004 © Pavel Coufal Základní praktika

Spektrofotometrické stanovení Fe³⁺

redukce Fe³⁺ na Fe²⁺ 10% hydroxylaminem ve 20% CH₃COONH₄



vybarvení Fe²⁺

0,1% 1,10-fenanthrolinem

červený komplex absorbující při 510 nm

Fe(NO₃)₃ jako standard

Lambertův-Beerův zákon $A_\lambda = \epsilon_\lambda \cdot d \cdot c$

kalibrační přímka $A = a + b \cdot c$

