

Témata z analytické chemie k bakalářské zkoušce pro KATA

1. Kvalitativní analýza

- Důkaz Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} a K^+ .
- Důkaz $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CrO_4^{2-} , I^- , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ a NO_3^- .

2. Odměrná analýza

- Princip odměrné analýzy.
- Příprava odměrného roztoku o dané molární koncentraci.
- Standardizace odměrného roztoku.
- Faktor odměrného roztoku.
- Vyčíslování chemických rovnic; zvláště pak redoxních.
- Výpočet obsahu stanovované složky (v % a v mol/l) ze spotřeby odměrného činidla a vyčíslené chemické rovnice.

3. Neutralizační titrace

- Výpočet pH silné a slabé kyseliny a zásady.
- Odměrná činidla.
- Acidobazické indikátory.
- Potenciometrická indikace bodu ekvivalence.
- Titrační křivka.

4. Redoxní titrace

- Oxidačně redukční potenciál; Nernstova rovnice.
- Odměrná činidla pro manganometrii, jodometrii a bichromatometrii.
- Redoxní indikátory.
- Potenciometrická indikace bodu ekvivalence.
- Titrační křivka.

5. Argentometrické titrace

- Produkt rozpustnosti.
- Dusičnan stříbrný jako odměrné činidlo.
- Objektivní a subjektivní indikace bodu ekvivalence.
- Titrační křivka.

6. Chelatometrické titrace

- Konstanta stability komplexu.
- EDTA jako odměrné činidlo.
- Metalochromní indikátory.

7. Vážková analýza

- Princip vážkové analýzy.
- Produkt rozpustnosti.
- Výpočet gravimetrického faktoru z chemického vzorce vážené a stanovované formy.
- Výpočet obsahu stanovované složky (v % a v mol/l) z hmotnosti vážené sloučeniny a gravimetrického faktoru.

8. Potenciometrie

- Iontově selektivní a referenční elektroda.
- Princip potenciometrického stanovení fluoridů a dusičnanů.
- Nernstova rovnice.
- Metoda kalibrační přímky.

9. Coulometrie

- Princip coulometrické titrace.
- Výpočet stanovované složky z prošlého náboje.

10. Atomová absorpční spektrometrie

- Princip AAS.
- Lambert-Beerův zákon.
- Schéma atomového absorpčního spektrometru; nákres.
- Metoda kalibrační přímky.

11. Molekulová absorpční spektrometrie v UV a viditelné oblasti

- Princip fotometrie.
- Lambert-Beerův zákon.
- Schéma spektrofotometru; nákres.
- Metoda kalibrační přímky a standardního přídávku.

12. Plynová a kapalinová chromatografie

- Stacionární a mobilní fáze.
- Princip chromatografického dělení v GC a HPLC.
- Schéma plynového a kapalinového chromatografu; nákresy.
- Detektory používané v GC a HPLC.
- Kvalitativní a kvantitativní informace z chromatogramu.
- Metoda kalibrační přímky a standardního přídávku.

13. Kapilární zónová elektroforéza

- Princip elektroforetického dělení v CZE.
- Schéma přístroje pro CZE; nákres.
- Kvalitativní a kvantitativní informace z elektroferogramu.
- Metoda kalibrační přímky a standardního přídávku.

Vzory příkladů a otázek k bakalářské zkoušce z analytické chemie pro KATA

1. Napište alespoň jednu reakci typickou pro Cd^{2+} , kterou lze využít k jeho důkazu.
2. Napište alespoň jednu reakci typickou pro CrO_4^{2-} , kterou lze využít k jeho důkazu.
- 3a. Vyčíslete následující redoxní rovnici
$$[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} + \text{MnO}_4^- + \text{H}^+ \rightarrow [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} + \text{Mn}^{2+} + \text{H}_2\text{O}$$
- 3b. Při přípravě roztoku manganistanu draselného bylo naváženo 7,6 g KMnO_4 , toto množství bylo rozpuštěno v destilované vodě a doplněno na celkový objem 2 litrů. Vypočítejte teoretickou molární koncentraci KMnO_4 v tomto roztoku.
 $\text{Ar}(\text{K}) = 39,10$; $\text{Ar}(\text{Mn}) = 54,94$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,00$
- 3c. Po povaření a přefiltrování byla přesná koncentrace manganistanu draselného v připraveném roztoku zjištěna titrací na trihydrát hexakynoželednatu draselného. Do titrační baňky bylo odváženo 0,7493 g $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, po jeho rozpuštění v 50 ml destilované vody bylo přidáno 5 ml 1 M H_2SO_4 a roztok byl ztitrován připraveným roztokem KMnO_4 , jehož spotřeba činila 19,6 ml. Vypočítejte přesnou molární koncentraci KMnO_4 v připraveném roztoku.
 $\text{Ar}(\text{K})=39,10$; $\text{Ar}(\text{Fe})=55,85$; $\text{Ar}(\text{C})=12,01$; $\text{Ar}(\text{N})=14,01$; $\text{Ar}(\text{H})=1,01$; $\text{Ar}(\text{O})=16,00$
- 3d. Jaký faktor f je třeba poznamenat na láhev s tímto roztokem, na které je uvedena koncentrace 0,02 M KMnO_4 .
4. K manganometrickému stanovení peroxidu vodíku lze využít jeho kvantitativní oxidace manganistanem draselným v kyselém prostředí na molekulární kyslík. Ze vzorku o celkovém objemu 5 litrů bylo odpipetováno 10,00 ml vzorku do 500 ml odměrné baňky a po doplnění destilovanou vodou po značku bylo pipetováno 10,00 ml takto připraveného zředěného vzorku do titrační baňky. Vzorek byl okyselen 2 ml 2 M H_2SO_4 a zředěn destilovanou vodou na 100 až 150 ml. Poté byl vzorek titrován 0,02 M roztokem manganistanu draselného, mající faktor 0,9753, do prvního stálého růžového zbarvení. Spotřeba roztoku činidla byla 11,9 ml. Vypočítejte procentuální zastoupení peroxidu vodíku v 5 litrech původního vzorku.
 $\text{Ar}(\text{H}) = 1,01$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,00$
5. Nepřímé manganometrické stanovení oxidu manganického bylo použito ke kontrole jeho čistoty. Při tomto stanovení se oxid manganický redukuje v kyselém prostředí přesně známým množstvím kyseliny šťavelové na manganatý kationt za vzniku oxidu uhličitého. Přbytek nezreagované kyseliny šťavelové se ztitruje roztokem manganistanu draselného. Vzorek oxidu manganického o hmotnosti 0,2871 g byl kvantitativně převeden do titrační baňky, okyselen 5 ml 30% H_2SO_4 a bylo k němu přidáno 50 ml 0,10 M kyseliny šťavelové. Směs byla zahřata a po rozpuštění oxidu

manganického ochlazena na laboratorní teplotu a titrována 0,02 M roztokem manganistanu draselného, majícího faktor 0,9377, do prvního stálého růžového zbarvení. Spotřeba roztoku činidla byla 37,4 ml. Vypočítejte, kolik procent oxidu manganického obsahoval analyzovaný vzorek.
 $\text{Ar}(\text{Mn}) = 54,94$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,00$

6. Vzorek o hmotnosti 0,1908 g obsahující pouze MnO_2 a PbO_2 byl kvantitativně převeden do titrační baňky, okyselen 10 ml 15% H_2SO_4 a bylo k němu přidáno 25,0 ml 0,10 M $(\text{COOH})_2$ o faktoru $f = 1,0000$. Směs byla zahřata a po rozpuštění obou oxidů redukcí obou kovů na dvojmocné kationty za vzniku CO_2 byla opět ochlazena na laboratorní teplotu. Přbytek nezreagované $(\text{COOH})_2$ byl retitrován 0,020 M roztokem manganistanu draselného, mající faktor 0,9867, do prvního stálého růžového zbarvení. Spotřeba roztoku manganistanu draselného činila 20,70 ml. Vypočítejte, jaké bylo procentuální zastoupení oxidu manganického a oxidu olovičitého v analyzovaném vzorku. $\text{Mr}(\text{MnO}_2) = 86,94$; $\text{Mr}(\text{PbO}_2) = 239,2$

7. Vzorek o hmotnosti 0,1692 g obsahující pouze oxid olovičitý a chroman barnatý byl kvantitativně převeden do titrační kónické baňky a bylo k němu přidáno 20 ml 5 M kyseliny chlorovodíkové, 80 ml destilované vody a 1,5 g tuhého jodidu draselného. Pak byla baňka uzavřena zabroušenou zátkou a směs byla po promíchání ponechána 5 minut v klidu. Jod, uvolněný z jodidu draselného oxidací olovičitym kationtem a chromanovým aniontem za vzniku olovnatého a chromitého kationtu, byl po opláchnutí stěn baňky destilovanou vodou titrován 0,05 M roztokem thiosíranu sodného, $f = 1,0858$, na škrob jako indikátor. Spotřeba roztoku thiosíranu sodného činila 34,20 ml. Vypočítejte procentuální zastoupení olova a chromu ve vzorku.
 $\text{Ar}(\text{Pb}) = 207,2$; $\text{Ar}(\text{Cr}) = 52,0$; $\text{Ar}(\text{Ba}) = 137,3$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,0$; $\text{Ar}(\text{S}) = 32,1$;
 $\text{Ar}(\text{Na}) = 23,0$; $\text{Ar}(\text{I}) = 126,9$

8a. Doplněte a vyčíslete následující neutralizační rovnici
 $(\text{COOH})_2 + \text{NaOH} \rightarrow$

8b. Při přípravě bezuhlíčanového roztoku NaOH se velmi často vychází z koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného, v němž je uhlíčan sodný takřka nerozpustný. Koncentrovaný NaOH je 44% a má hustotu 1,468 g/ml při 20°C. Kolik mililitrů koncentrovaného roztoku NaOH je třeba k přípravě 500 ml roztoku NaOH o koncentraci 0,5 M? $\text{Ar}(\text{Na}) = 22,99$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,00$; $\text{Ar}(\text{H}) = 1,01$

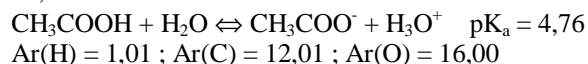
8c. Přesná koncentrace NaOH v připraveném roztoku byla stanovena titrací přesně naváží dihydrátu kyseliny šťavelové. Navážka 0,5371 g $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ byla rozpuštěna v 50 ml destilované vody a po přidání metyloranže jako indikátoru byla titrována připraveným roztokem NaOH . Před ekvivalencí bylo přidáno 10 ml 20% neutrálního roztoku CaCl_2 a roztok byl dotitrován do žlutého zbarvení;

spotřeba odměrného roztoku činila 17,9 ml. Vypočítejte přesnou molární koncentraci NaOH v odměrném roztoku. $Ar(C) = 12,01$; $Ar(H) = 1,01$; $Ar(O) = 16,00$

8d. Jaký faktor f je třeba poznamenat na láhev s tímto odměrným roztokem, na které je uvedena koncentrace 0,5 M NaOH.

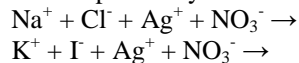
9. Jaké pH má 1 mM roztok KOH.

10. Vzorek kyseliny octové o objemu 10,00 ml byl titrován odměrným roztokem NaOH o koncentraci 0,1046 mol/l. Během titrace bylo pH titrovaného roztoku sledováno pomocí skleněné a kalomelové elektrody. Vypočítejte, kolik miligramů CH_3COOH již bylo ztitrováno a kolik miligramů CH_3COOH ještě zbývalo ztitrovat, ukazovala-li skleněná elektroda, že titrovaný roztok má právě $pH = 4,76$. Na celkovou titraci tohoto vzorku kyseliny octové (tedy do bodu ekvivalence) bylo spotřebováno 24,3 ml odměrného roztoku NaOH.



11. Při analýze vodného roztoku směsi kyseliny sírové a kyseliny fosforečné byl připraven roztok zředěním 10,3600 g vzorku na objem 500 ml. Jaký je obsah jednotlivých kyselin v této směsi v hmotnostních procentech, jestliže se při titraci 50,0 ml roztoku na methyloranž spotřebovalo 21,60 ml 0,10 M NaOH o faktoru $f = 1,0330$ a při titraci jiných 50,0 ml zásobního roztoku na fenolftalein činila spotřeba téhož odměrného roztoku hydroxidu sodného 28,15 ml? Při titraci na methyloranž ($pK_i = 4$) se H_2SO_4 titruje do druhého disociačního stupně a H_3PO_4 pouze do prvního disociačního stupně. Při titraci na fenolftalein ($pK_i = 9$) se obě kyseliny titrují do druhého disociačního stupně. $Mr(H_2SO_4) = 98,08$; $Mr(H_3PO_4) = 97,99$

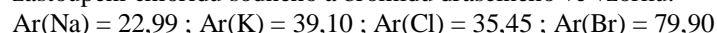
12a. Doplňte a vyčíslíte následující srážecí rovnice



12b. Nakreslete tvar titrační křivky s vyznačením spotřeb titračního činidla 0,1 M $AgNO_3$ ($f = 1,000$) pro jednotlivé halogenidy, kterou obdržíte při titraci 0,2537 g směsi obsahující 34,6 % NaCl a 65,4 % KI za použití potenciometrické indikace bodu ekvivalence. $Ar(Na) = 22,99$; $Ar(K) = 39,10$; $Ar(Cl) = 35,45$; $Ar(I) = 126,90$

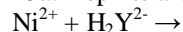
13. Vzorek o hmotnosti 0,1272 g obsahující pouze chlorid sodný a bromid draselný byl kvantitativně převeden do titrační baňky a rozpuštěn ve 150 ml destilované vody. K roztoku vzorku byly přidány 3 kapky roztoku fluoresceinu jako indikátoru a roztok byl titrován 0,10 M dusičnanem stříbrným, mající faktor 1,0213, do růžovočerveného

zabarvení. Spotřeba odměrného činidla byla 18,6 ml. Vypočítejte procentuální zastoupení chloridu sodného a bromidu draselného ve vzorku.



14. Vypočítejte rozpustnost sulfidu bismutitého ve vodě v mol/l, jestliže jeho součin rozpustnosti je $K_S(Bi_2S_3) = 10^{-70}$.

15a. Doplňte a vyčíslíte následující rovnici tvorby komplexu s EDTA

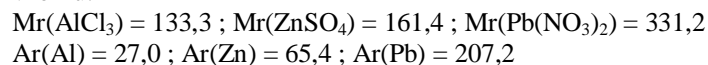


15b. Obsah dvojmocného niklu byl v kapalném vzorku stanoven pomocí chelatometrické titrace. Vzorek o objemu 10,00 ml byl odpipetován do titrační baňky, zředěn destilovanou vodou na 200 ml a titrován 0,2 M Chelatonem 3 ($f = 1,089$) na murexid do fialového zbarvení roztoku po přidání 10 ml koncentrovaného amoniaku. Spotřeba odměrného roztoku činila 16,3 ml. Vypočítejte koncentraci Ni^{2+} v analyzovaném vzorku v mol/l.

15c. Převedte tuto koncentraci na hmotnostní % Ni^{2+} , jestliže hustota analyzovaného vzorku byla 1,12 g/ml. $Ar(Ni) = 58,70$

16. Nepřímé chelatometrické stanovení Pb^{2+} bylo použito ke kontrole čistoty trihydrátu octanu olovnatého. Při tomto stanovení se vzorek o hmotnosti 0,5278 g převedl do titrační baňky a po rozpuštění se k němu přidalo 25,00 ml 0,10 M odměrného roztoku chelatonu 3 (disodná sůl kyseliny ethylendiamintetraoctové), mající faktor 1,0234. Po promíchání bylo přidáno 10 ml Schwarzenbachova pufru o pH 10 a malé množství eriochromčerni T. Přebytek nezreagovaného chelatonu 3 byl ztitrován 0,05 M odměrným roztokem síranu hořečnatého, mající faktor 1,0311, z modrého do červenofialového zbarvení. Spotřeba tohoto odměrného roztoku činila 23,8 ml. Jaký je procentuální obsah $(CH_3COO)_2Pb \cdot 3H_2O$ v analyzovaném vzorku? $Ar(C) = 12,01$; $Ar(H) = 1,01$; $Ar(O) = 16,00$; $Ar(Pb) = 207,20$

17. Vzorek o hmotnosti 0,1146 g obsahující pouze $AlCl_3$ a $ZnSO_4$ byl kvantitativně převeden do titrační baňky a bylo k němu přidáno 25,0 ml 0,05 M chelatonu 3 o faktoru $f = 1,0480$. Po dokonalém rozpuštění vzorku byly do baňky přidány 2 g tuhého urotropinu a xylenolová oranž jako indikátor. Přebytečný chelaton 3 byl retitrován 0,05 M $Pb(NO_3)_2$ o faktoru $f = 1,0000$ až do červenofialového zbarvení. Jeho spotřeba činila 9,60 ml. Vypočítejte procentuální zastoupení hliníku a zinku ve vzorku.



18. Vážková analýza byla použita ke stanovení procentuálního zastoupení fosforu ve fosforečnanovém hnojivu. K analýze bylo odváženo 1,7628 g hnojiva, to bylo rozpuštěno ve 150 ml destilované vody a sráženo hořečnatou solucí za předepsaných podmínek. Vzniklá sráženina byla odfiltrována, vysušena a vyžháním převedena na $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, které bylo v kelímku nalezeno 0,5663 g.
 $\text{Ar}(\text{Mg}) = 24,31$; $\text{Ar}(\text{P}) = 30,97$; $\text{Ar}(\text{O}) = 16,00$

18a. Vypočítejte gravimetrický faktor pro stanovení P váženého jako $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$.

18b. Vypočítejte hmotnostní procenta P v analyzovaném fosforečnanovém hnojivu.

19. Elektrolyticky generovaný jod byl použit ke stanovení sulfanu v sirovodíkové vodě. Ke 100,0 ml vzorku bylo přidáno 10 ml 2 M jodidu draselného a 10 ml 2 M kyseliny chlorovodíkové a vzorek byl coulometricky titrován za použití biamperometrické indikace bodu ekvivalence. Elektrický proud byl udržován během titrace na konstantní hodnotě 36,32 mA. Indikační systém indikoval konec titrace po 10,12 minutách. Elektrolyticky generovaný jod z jodidu oxiduje v kyselém prostředí sirovodík na elementární síru. $\text{Ar}(\text{H}) = 1,01$; $\text{Ar}(\text{S}) = 32,06$

- Napište rovnice vyjadřující děje, které probíhají při tomto stanovení.
- Vypočítejte koncentraci sirovodíku ve vzorku v ppm jednotkách.
- Převeďte tuto koncentraci na hmotnostní procenta sulfanu, jestliže sirovodíková voda má hustotu 1 g/ml.

20. Nakreslete a popište schéma přístroje pro CZE.

21. Vymenujte alespoň dva detektory běžně používané v CZE.

22a. Obsah chloridů v minerální vodě byl stanoven pomocí CZE. Při analýze standardního roztoku chloridů o koncentraci 15 mg/l Cl^- byl zaznamenán v elektroferogramu pík odpovídající chloridům s migračním časem $t_1 = 3,51$ min a plochou $A_1 = 0,938$. Při analýze vzorku minerální vody za stejných experimentálních podmínek byl pozorován v elektroferogramu pík s migračním časem $t_2 = 3,49$ min a plochou $A_2 = 0,515$. Vypočítejte, jaká je koncentrace Cl^- ve vzorku vody v mg/l.

22b. Převeďte tuto koncentraci na hmotnostní % Cl^- , jestliže předpokládáme hustotu vzorku minerální vody 1 g/ml.

23. Napište Lambert-Beerův zákon a popište symboly, které v něm vystupují.

24a. Trojmočné železo bylo stanoveno ve vzorku pitné vody pomocí molekulové spektrofotometrie. Při tomto stanovení byl iont Fe^{3+} převeden na komplex $\text{Fe}(\text{SCN})_2^+$, jehož absorbance byla měřena pomocí spektrofotometru při vlnové délce 465 nm. Standardní roztok obsahující $2 \cdot 10^{-3}$ mol/l Fe^{3+} vykazoval po převedení železitého kationtu na výše zmíněný komplex v kyvetě mající optickou dráhu 0,5 cm absorbanci

$A_1 = 0,671$. Vzorek pitné vody měřený ve stejné kyvetě za stejných experimentálních podmínek poskytl absorbanci $A_2 = 0,447$. Vypočítejte, jaká je koncentrace Fe^{3+} ve vzorku pitné vody v mol/l.

24b. Převeďte tuto koncentraci na hmotnostní % Fe^{3+} , jestliže předpokládáme hustotu vzorku pitné vody 1 g/ml. $\text{Ar}(\text{Fe}) = 55,85$

25. Stechiometricky vyčíslete a popřípadě doplňte následující rovnice

