**Základné informácie**

**Všeobecný postup kvalitatívnej analýzy**

* Podmienky:

1. použitie časti vzorky, ostatné sú len na opakované dôkazy
2. najprv priebežné orientačné skúšky, potom zvolenie postupu analýzy

- zistenie charakteru: (an)organická zlúčenina

* organická – rozklad varom/tavením – uvoľnenie plynných látok a uhlíka
* anorganická – zhorenie na neprchavý zvyšok (oxidy)

1. uskutoční sa vhodná chemická analýza podľa rozboru (an)organických látok

**Kvalitatívna analýza anorganických látok**

1. **predbežné orientačné skúšky**

* skúmanie fyzikálnych a fyzikálno-chemických vlastností, skupenstva, rozpustnosti, zafarbenia vzorky, rozpustnosti, pH, zápachu
* sfarbenie roztoku vzorky – prítomnosť určitých iónov

1. **chemická analýza – skúšky mokrou cestou**

* skupinové – reakcie, pri ktorých reagujú s činidlom celé skupiny iónov
* selektívne – reakcie malého počtu iónov s činidlom
* špecifické – reakcie, pri ktorých za konkrétnych podmienok reaguje s činidlom iba jeden ión
* maskovacie

1. **Všeobecný postup dôkazových reakcií**
2. Dôkaz v (mikro)skúmavkách
3. Dôkaz na bodkovacej platničke
4. Dôkaz na filtračnom papieri
5. Dôkaz pod mikroskopom
6. **Sulfánový spôsob delenia katiónov (Freseniov)**

**I. trieda katiónov**

**Ag –** tvorba stabilných komplexov

* 2AgNO3 + K2CrO4/K2Cr2O7 → ↑Ag2CrO4/Ag2Cr2O7 + 2KNO3
* AgSO4 + 2FeSO4 → ↑Ag + Fe2(SO4)3

**Hg** - Hg22+ = merkuri – väčšina zlúčenín je nestabilných → disproporcionácia

* Hg2(NO3)2 + SnCl2 + 2HCl → 2HNO3 + SnCl4 + ↑2Hg

**Pb –** Pb4+: nestabilný, hydrolýza, silné oxidačné účinky

* Pb(NO3)2 + H2SO4 → PbSO4 + 2HNO3
* Pb(NO3)2 + Na2SO3 → PbSO3 + 2HNO3

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Katión** | **Činidlo** | **Prostredie** | **Zrazenina** |
| **Ag+** | Zried. HCl |  | AgCl – biela (na svetle sivofialová) |
|  | H2S, alkalické sulfidy |  | Ag2S – čierna |
|  | KBr |  | AgBr – žltobiela tvarohovitá (rozp. v KCN, Na2S2O3) |
|  | KI |  | AgI – žltá (na svetle čierna, + NH3 = biela, rozp. v KCN, Na2S2O3) |
|  | KOH |  | Ag2O – hnedá (rozp. v NH3, HNO3, AgN3 = traskavé Ag – čierna) |
|  | Na2CO3 |  | Ag2CO3 – žltá (na svetle čierna) |
|  | NH3 |  | [Ag(NH3)6]NO3 – špinavobiela → hnedá → bezfarebná |
|  | K2CrO4, K2Cr2O7 |  | Ag2CrO4 – červenohnedá (rozp. v HNO3, NH3, ochladenie: rubínovo červené lístky) |
|  | FeSO4 |  | Ag (redukcia Ag menej ušľachtilými kovmi) |
|  | Argentón II | Slabo kyslé | Ag+ - červenofialová |
|  | Argentón I | Slabo kyslé | Ag+ - svetložltá až červenooranžová |
| **Hg22+** | Zried. HCl |  | Hg2Cl2 – biela práškovitá |
|  | H2S, alkalické sulfidy |  | HgS, Hg – čierna (nerozp. v (NH4)2S, skoro rozp. v Na2S, rozp. v alk. polysulfide – zmena na sulfosoľ) |
|  | KBr |  | Hg2Br2 – žltá |
|  | KI |  | Hg2I2 – špinavozelená (nadbytok činidla: Nesslerovo činidlo) |
|  | K2CrO4, K2Cr2O7 |  | Hg2CrO4 – hnedočervená vločkovitá → žltá (Hg2O -čierny) |
|  | KOH |  | Hg2O – čierna |
|  | Na2CO3 |  | Hg2CO3 – žltá (var: rozklad na sivú zmes HgO a Hg) |
|  | NH3, (NH4)2CO3 |  | Hg2NH2NO3 – čierna (rozklad na sivú zmes) |
|  | SnCl2 |  | Hg – čierna |
|  | Ditizón | Kyslé | Modrofialová |
| **Pb2+** | Zried. HCl |  | PbCl2 – biela kryštalická (rozp. v horúcej vode, rýchle ochladenie: lesklé ihličky) |
|  | H2S, alkalické sulfidy |  | PbS – čierna |
|  | KBr |  | PbBr2 – biela |
|  | KI |  | PbI2 – žltá (rozp. v horúcej vode, rýchle ochladenie: zlatý dažď) |
|  | K2CrO4 |  | PbCrO4 – žltá |
|  | KOH |  | Pb(OH)2 – biela (rozp. v nadbytku hydroxidu – vznik bezfarebného roztoku olovnatanu, + Br2 voda, var – vznik PbO2) |
|  | Na2CO3 |  | Pb3(CO3)2(OH)2 – biela |
|  | NH3 |  | Pb(OH)2 – biela |
|  | Ditizón | CN- | Tehlovočervená |
|  | H2SO4 |  | PbSO4 – biela |
|  | Na2SO3 |  | PbSO3 – biela |
|  | Benzidín |  | Benzidínová modrá |

**II. trieda katiónov**

* **Delenie:** nerozpustné v polysulfide amónnom – II.a (Hg2+, Cu2+, Cd2+, Bi3+), rozpustné v p. a. – II.b (As3+,5+, Sb3+,5+, Sn2+,4+)
* vodné roztoky Sb3+,5+, Bi3+ - hydrolýza: rozrušenie HCl
* II.b – bez zrážky s K2CrO4 a KI, II.a – Cd2+ bez zrážky z KI

Hg – rozp. v HNO3, lúčavke kráľovskej, HI, v konc. H2SO4 za varu, nepatrné rozp. v HCl a HBr, nerozp. v zried. H2SO4

* + kovy = amalgámy
* Špecifické reakcie:

1. 2HgCl2 + SnCl2 → ↑Hg2Cl2 + SnCl4

↑Hg2Cl2 + SnCl2 → ↑2Hg + SnCl4

Cu – tvorba hydratovaných modrých Cu2+, v amoniakálnom prostredí – azúrovomodrá farba

* Zelený plameň
* Cu+ stabilný len v komplexoch
* Špecifické reakcie:

1. 2CuSO4 + 2NH4OH → ↑Cu2(OH)2SO4 + (NH4)2SO4

↑Cu2(OH)2SO4 + (NH4)2SO4 + 6NH4OH → ↑2[(Cu(NH3)6]SO4 + 8H2O

Cd – ľahká redukcia Cd2+, bezfarebný v roztokoch

Bi – rozp. v HNO3

* Vodné roztoky ako bezfarebný Bi3+ len silne kyslých roztokoch
* pH = 1 – hydrolýza na Bi(OH)Cl2 alebo BiOCl → rozrušenie prídaním HCl (h. neprebieha do konca, lebo je reakcia vratná)
* špecifická reakcia:

1. 2Bi(NO3)3 + K2Cr2O7 + 2H2O → ↑(BiO)2Cr2O7 + 2KNO3 + 4HNO3
2. 2Bi(NO3)3 + 3NaHSnO2 + 9NaOH + 3H2O → ↑2Bi + 3Na2Sn(OH)6 + 6NaNO3
3. Bi(NO3)3 + nH2N-CS-NH2 → ↑Bi[(CS(NH2)2]n(NO3)3

As – vo vodných roztokoch AsO33- a AsO43-

* zahrievaním As na vzduchu – vznik As2O3: modrý plameň, cesnakový zápach
* špecifické reakcie:

1. solúcia horečnatá (MgCl2 + NH4Cl + NH4OH): AsCl5 + 4NH4OH → (NH4)3AsO4 + 4HCl + NH4Cl

(NH4)3AsO4 + MgCl2 → 2NH4Cl + MgNH4AsO4

1. Gutzeit. skúška: 6AgNO3 + AsH3 → ↑AsAg3\*3AgNO3 + 3HNO3
2. Marsh-Liebig. skúška: H3AsO3 + 6H → AsH3 + 3H2O

2AsH3 → 3H2 + ↑2As

↑2As + 5NaOCl + 6NaOH → 2Na3AsO4 + 5NaCl + 3H2O

Sb – rozp. v HNO3, konc. H2SO4 za tepla, lúčavke kráľovskej

* vodné roztoky: Sb3+,5+, SbO2-, 3-
* pH = 11 – len ako anión
* hydrolýza na SbOCl a SbO2Cl – potlačenie hydrolýzy okyslením HCl
* redukcia Fe, Zn, Sn – vznik čierneho Sb
* špecifické reakcie:

1. tiosíran sodný → ↑Sb2O3\*Sb2S3

Sn – roztoky: Sn2+,4+, [Sn(OH)6]2-, [Sn(OH)3]-

* hydrolýza: Sn(OH)Cl
* špecifické reakcie:

1. 2HgCl2 + SnCl2 → ↑Hg2Cl2 + SnCl4

Hg2Cl2 + SnCl2 → ↑2Hg + SnCl4

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Katión** | **Činidlo** | **Prostredie** | **Zrazenina** |
| **Hg2+** | H2S | kyslé | HgS\*Hg2Cl2 → HgS – biela → žltá → hnedá → čierna  - rozp. v lúčavke kráľovskej, Cl2/Br2 vode, alk. sulfidoch  - zriedenie vodou – vylúčenie HgS (potlačenie hydrolýzy nadbytkom alk. sulfidu) |
|  | KI |  | HgI2 – oranžová  - nadbytok činidla: vznik Nessler. č. (dôkaz NH4+) → vznik Nh2ONH2I – hnedooranžová |
|  | K2CrO4 |  | HgCrO4 → HgCrO4\*2HgO– žltá → sčernanie |
|  | KOH |  | Hg(OH)Cl → Hg(OH)2 → HgO – škoricová → žltá |
|  | Na2CO3 |  | Hg(HgO)3CO3 – tmavo červenooranžová |
|  | NH3 |  | HgNH2Cl – biela |
|  | (NH4)2CO3 |  | HgNH2Cl – biela |
|  | KSCN |  | Hg(SCN)2 – biela (nadbytok č.: vznik Montequi. č.) |
|  | SnCl2 | Slabo kyslé | Hg2Cl2 → Hg – biela → čierna |
|  | Ditizón |  | Modrofialové cheláty |
| **Cu2+** | H2S | Kyslé | CuS – čierna (rozp. v KCN, v horúcej zried. HNO3, v polysulfidoch pridaním NH3) |
|  | KI |  | CuI – biela, I - hnedý |
|  | K2CrO4 |  | CuCrO4 – žltá → hnedá |
|  | NaOH |  | Cu(OH)2 – modrá (za studena)  - var: CuO (čiernohnedý) → za tepla v konc. alk. lúhoch: Na[Cu(OH)3] |
|  | Na2CO3 |  | Cu2(OH)2CO3 – svetlozelená |
|  | KCN |  | Cu(CN)2→ CuCN – žltá → biela  - CuCN v nadbytku č. rozp. na komplex nerozložiteľný sulfánom  - maskovanie pri dôkaze Cd2+ |
|  | KSCN |  | Cu(SCN)2→ Cu2(SCN)2 – čierna → biela |
|  | K4[Fe(CN)6] |  | Cu2[Fe(CN)6] – červenohnedá |
|  | NH3 |  | Cu2(OH)2SO4 → [Cu(NH3)4]SO4 – svetlomodrá → tmavomodrá  - nadbytok KCN – odfarbenie komplexu  → redukcia Cu2+ - vznik komplexu |
|  | a-benzoínoxím (kuprón) | NH3 | Zelená |
|  | Kupral | Kyslé | Žltá |
| **Cd2+** | H2S | Kyslé | CdS – kanáriková svetložltá (rozp. v HNO3) |
|  | NaOH |  | Cd(OH)2 – biela |
|  | NH3 |  | Cd(OH)2 – biela  - nadbytok č.: rozp. bezfarebného roztoku, zried. vodou - vylúčenie z roztoku |
|  | KCN |  | Cd(CN)2 – biela  - nadbytok č.: vznik nestáleho komplexu → rozklad na CdS |
|  | Difenylkarbazid | Neutrálne/slabo kyslé | Fialová |
|  | Ditizón | Neutrálne/alkalické | Červená |
|  | Cadion S |  | Cd2+ → Cd(OH)2 – biela → ružová |
| **Bi3+** | H2S | Kyslé | Bi2S3 – čiernohnedá (rozp. za tepla v konc. kyselinách) |
|  | H2O |  | BiOCl – biela |
|  | KI |  | BiI3→ K[BiI4] – čierna → žltá |
|  | KOH |  | Bi(OH)3 → K3BiO3 – biela → bezfarebný |
|  | Na2CO3, (NH4)2CO3 |  | Bi(OH)CO3 – biela |
|  | NH3 |  | Bi(OH)2NO3 – biela |
|  | K2Cr2O7 |  | (BiO)2Cr2O7 – žltooranžová |
|  | NaHSnO2 |  | Bi – čierna |
|  | H2N-CS-NH2 | Slabo kyslé | Bi[(CS(NH2)2]n(NO3)3 - žltá |
|  | Bizmutiol I | kyslé | Červená (dôkaz stôp Bi3+) |
| **As3+, As5+** | H2S | Silne kyslé | As2S3 → A2S5 – žltá |
|  | AgNO3 |  | Ag3AsO3 – žltá až žltohnedá |
|  | I2 | Slabo kyslé/neutrálne | Hnedý roztok I2 |
|  | Solúcia horečnatá | NH4OH | MgNH4AsO4 – biela jemne kryštalická  - premytá ↑ + AgNO3 → Ag3AsO4 (hnedý) |
|  | Solúcia molybdénová | HNO3 | (NH4)3[As(Mo3O10)4]\*2H2O – žltá kryštalická |
|  | SnCl2 | Konc. HCl | As – hnedočierny  - Bettendorf. skúška: redukcia na As, reakcia urýchlená zahriatim |
|  | H2 (H2SO4 + Zn) |  | AsAg3\*3AgNO3 → Ag – žltá → sivá  - Gutzeit. skúška: redukcia vodík v stave zrodu na AsH3 + AgNO3 → ↑ + H2O → Ag |
|  | H2 (H2SO4 + Zn) |  | - Marsh-Liebig. skúška: súdne analýzy – redukcia zlúčenín vodík v stave zrodu na AsH3 → prechod cez sklenenú (na jednom mieste zahriatú) trubicu – rozklad na As → chladnejšie miesta: arzénové zrkadlo (plameňom ľahko premiestniteľné, rozp. v NaClO) |
| **Sb3+, Sb5+** | H2S |  | Sb2S3, Sb2S5 – oranžovočervená vločkovitá  - rozp. v HCl, v alk. sulfidoch, polysulfide amónnom |
|  | H2O |  | SbOCl – biela |
|  | KOH, NH3, K2CO3 |  | Sb(OH)2 - biela  - rozp. v nadbytku činidla |
|  | KMnO4 | kyslé | Sb2O5 – oranžovočervená vločkovitá  - odfarbenie činidla |
|  | Fe |  | Sb – čierna vločkovitá |
|  | H2 (vodík v stave zrodu) |  | SbH3 – bezfarebný (M-L. s.)  - ľahko prchavý, veľmi jedovatý |
|  | Tiosíran sodný |  | Sb2O3\*Sb2S3 = antimon. rumelka – červená (var) |
|  | Tiomočovina |  | Žltobiela |
|  | Rodamín B (červený roztok) |  | Sb5+ - modrá |
| **Sn2+, Sn4+** | H2S | kyslé | SnS → SnS2 – hnedá → špinavožltá  - rozp. v horúcej zried. HCl, alk. hydroxidoch a polysulfidoch |
|  | H2O |  | Sn(OH)Cl - biela |
|  | NaOH |  | Sn(OH)2/Sn(OH)4 - biela |
|  | NH3, Na2CO3, (NH4)2CO3 |  | Sn(OH)2/Sn(OH)4 - biela |
|  | Molybdenátofosforečnan amónny |  | Sn2+ - molybdénová modrá |
|  | PbCl2 | kyslé | Hg2Cl2 – biela (var) |
|  | kakotelín | kyslé | Žltohnedá → fialová |

**Študijný materiál z praktických cvičení – III. trieda katiónov**

**Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.**

1. Ktoré ióny patria do III. triedy katiónov? Co2+, Ni2+, Fe2+, Fe3+, Mn2+, Cr3+, Al3+, Zn2+
2. Čo je skupinovým činidlom katiónov III. analytickej triedy a ako ich vieme oddeliť od II. analytickej triedy? Čo je produktom týchto reakcií? Sulfán v amoniakálnom prostedí, vznik nerozpustných sulfidov (Co2+, Ni2+, Fe2+, Fe3+, Mn2+, Zn2+), hydroxidy (Al3+, Cr3+)
3. Ktoré katióny z III. analytickej triedy je možné vyzrážať spolu z katiónmi II. triedy a ako? Co2+, Ni2+, Zn2+ - zrážaná sulfánom v kyslom/neutrálnom prostredí v prítomnosti CH3COONa
4. S ktorými katiónmi kovov vytvára tiokyanatan draselný v neutrálnom alebo slabo kyslom prostredí farebné komplexy? Co2+  - modré, Fe2+, Fe3+ - tmavočervené
5. Akú farbu má zrazenina vytvorená reakciou diacetylglyoxímu s nikelnatými katiónmi? jahodovočervená
6. Dôkaz nikelnatých katiónov v neutrálnom prostredí s diacetylglyoxímom negatívne ovplyvňuje prítomnosť Fe3+ a Cu2+. Ako je možné ich rušivý vplyv odstrániť? odstránenie maskovaním fosforečnanmi
7. Katión ktorého prvku po oxidácii na najvyšší oxidačný stupeň brómnanom sodným za katalytického pôsobenia meďnatých katiónov poskytuje fialový roztok? Mn2+
8. 2,2´-dipyridil je špecifické činidlo, ktoré vyfarbuje v slabo kyslom prostredí konkrétne ióny na intenzívne červeno sfarbené rozpustené komplexy. O ktoré ióny ide? Fe2+, Fe3+
9. Jedným z reakčných produktov je vznik tzv. Berlínskej modrej. O akú reakciu ide?

Fe2+ + K3(Fe(CN)6) → KFe(Fe(CN)6) + 2K+ ... tmavomodrá zrazenina (berlínska modrá)

Fe3+ + K4(Fe(CN)6) → KFe(Fe(CN)6) + 3K+ ... tmavomodrá zrazenina (berlínska modrá)

1. Aký špecifický dôkaz prítomnosti iónov možno využiť ich oxidačno-redukčné vlastnosti? O ktoré ióny z III. triedy sa jedná?

Ni2+ → Ni3+ - účinok brómovej vody, resp. H2O2 v alkalickom prostredí

Mn2+ → MnO4- ... fialový roztok

→ 2Mn(NO3)2 + 5PbO2 + 6HNO3 → 2HMnO4 + 5Pb(NO3)2 + 2H2O

→ 2MnSO4 + 5K2S2O8 + 8H2O → 2HMnO4 + 5K2SO4 + 7H2SO4

→ 2Mn(NO3)2 + 5KIO4 + 3H2O → 2HMnO4 + 5KIO3 + 4HNO3

Cr3+ → Cr6+ (v alkalickom prostredí CrO42-, v kyslom prostredí Cr2O72-)

→ mokrá cesta (oxidačné činidlá: H2O2, PbO2, Br2 voda)

→ suchá cesta (tavením): Cr(OH)3 → Cr2O3 + Na2CO3 + KNO3 → CrO42-

1. Pri oddeľovaní katiónov III. triedy od katiónov ostatných tried, sa po vyzrážaní skupinovým činidlom získava zrazenina sulfidov a hydroxidov. Zrazenina sa premyje zried. HCl. Ktoré zložky sa rozpustia a ktoré nie? Vznik zrazenín NiS, CoS a roztokov chloridov ostatných katiónov
2. V priebehu delenia katiónov III. triedy sa pridáva 5% BaCl2, ktorý za špecifických podmienok zráža žltú zrazeninu ktorého iónu? BaCrO4 – podmienky: CH3COOH, CH3COONa + var
3. Napíšte špecifické reakcie katiónov III. analytickej triedy.
4. Co2+
5. CoCl2 + 7KNO2 + 2CH3COOH → K3(Co(NO2)6) + NO + H2O + 2CH3COOK + 2KCl ... žltá zrazenina
6. Co2+ + a-nitrózo-b-naftol (kobalton) → červenohnedá zrazenina, nad šípkou: NH4OH
7. CoSO4 + 4KSCN → K2(Co(SCN)4) + K2SO4 ... modrá zrazenina)
8. Ni2+
9. NiSO4 + 2CH3C(NOH)C(NOH)CH3 → (CH3C(NOH)C(NOH)CH3)2Ni + (NH4)2SO4
10. Ni2+ → Ni3+ - účinok brómovej vody, resp. H2O2 v alkalickom prostredí

NiSO4 + 2KOH → Ni(OH)2 + K2SO4 ... svetlozelená zrazenina

Ni(OH)2 + ½ Br2 + KOH → Ni(OH)3 + KBr ... čierna zrazenina

1. Fe2+, Fe3+
2. FeSO4 + K3(Fe(CN)6) → KFe(Fe(CN)6) + K2SO4 ... tmavomodrá zrazenina (berlínska modrá)

FeCl3 + K4(Fe(CN)6) → KFe(Fe(CN)6) + 3KCl ... tmavomodrá zrazenina (berlínska modrá)

1. FeCl2 + K2(Fe(CN)6) → K2Fe(Fe(CN)6) + 2KCl ... bielomodrá zrazenina
2. FeCl3 + 6KCSN → Fe(Fe(SCN)6) + 6KCl ... červený roztok, KSCN – dôkaz Fe2+ na Fe3+
3. 2,2´-dipyridil + Fe2+ → červený komplex (slabo kyslé prostredie)
4. Kyselina salicylová + Fe3+ → (C6H4(OH)COOH)3Fe ... červenofialový roztok (slabo kyslé prostredie)
5. Kupferón + Fe3+ → červenohnedá zrazenina
6. Mn2+
7. 2Mn(NO3)2 + 5PbO2 + 6HNO3 → 2HMnO4 + 5Pb(NO3)2 + 2H2O (Grummova reakcia – fialovoružový roztok)
8. 2MnSO4 + 5K2S2O8 + 8H2O → 2HMnO4 + 5K2SO4 + 7H2SO4 (fialovoružový roztok)
9. 2Mn(NO3)2 + 5KIO4 + 3H2O → 2HMnO4 + 5KIO3 + 4HNO3 (fialovoružový roztok)
10. Cr3+
11. mokrá cesta (oxidačné činidlá: H2O2, PbO2, Br2 voda)
12. suchá cesta (tavením): Cr(OH)3 → Cr2O3 + Na2CO3 + KNO3 → CrO42-
13. K2Cr2O7 + 6KI + 7H2SO4 + Cr2(SO4)3 + 4K2SO4 + 3I2 + 7H2O (hnedý roztok + chloroform → zelený)
14. Al3+
15. Al3+ + alizarín → tehlovočervený lak (nad šípkou: kyselina octová)
16. Al3+ + morín → zelená fluorescencia (nad šípkou: zried. kyselina octová)
17. Al3+ + aluminón → červený lak (prostredie: (NH4)2CO3)
18. Zn2+
19. ZnSO4 + (NH4)2(Hg(SCN)4) → Zn(Hg(SCN)4) + (NH4)2SO4, nad šípkou: CH3COOH
20. Zn2+ + ditizón → ružový roztok
21. Na základe študijného materiálu pre praktické cvičenia – vypracujte tabuľku dôkazových skúšok pre jednotlivé katióny danej triedy.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Katión** | **Činidlo** | **Prostredie** | **Zrazenina** |
| **Co2+** | (NH4)2S |  | CoS – čierna |
|  | KOH |  | Co2(OH)2Cl2 → Co(OH)2 → Co(OH)3 – modrá → ružovočervená → hnedá |
|  | Na2CO3 |  | Co2CO3(OH)2 - červenofialová |
|  | NH3, NH4OH |  | Co2(OH)2SO4 - modrá |
|  | KCN |  | Co(CN)2 – červenohnedá |
|  | KNO3 | CH3COOH | K3[Co(NO2)6] - žltá |
|  | KSCN |  | K2[Co(SCN)4] - modrá |
|  | a-nitrózo-b-naftol | CH3COOH | červenohnedá |
| **Ni2+** | (NH4)2S |  | NiS – čierna |
|  | KOH |  | Ni(OH)2 – svetlozelená |
|  | Na2HPO4 |  | Ni3(PO4)2 - jablkovozelená |
|  | Na2CO3 |  | NiCO3 – zelená |
|  | NH3, NH4OH |  | [Ni2(OH)2]SO4 → [Ni(NH3)6]SO4 – zelená → modrá |
|  | KCN |  | Ni(CN)2 - zelená |
|  | Diacetyldioxím (Čugajev. č.) | NH4OH | [CH3C(NOH)C(NOH)CH3]2Ni - jahodovočervená |
|  | Br2 voda / H2O2 | Alkalické | Ni(OH)2 → Ni(OH)3 – svetlozelená → čierna |
| **Fe2+, Fe3+** | (NH4)2S |  | FeS – čierna |
|  | NH3, KOH |  | Fe(OH)2 → Fe(OH)3 – sivozelená → hnedočervená |
|  | KSCN |  | Fe[Fe(SCN)6] – tmavočervené |
|  | K4[Fe(CN)6] |  | KFe[Fe(CN)6] – Berlínska modrá |
|  | K3[Fe(CN)6] |  | KFe[Fe(CN)6] – Berlínska modrá |
|  | 2,2´-dipyridil | Slabo kyslé | Červené sfarbenie |
|  | Kyselina salicylová | Slabo kyslé | [C6H4(OH)COO]3Fe - červenofialová |
|  | Kupferón | Silne kyslé | Hnedočervená |
| **Cr3+** | (NH4)2S |  | Cr(OH)3 - špinavozelená |
|  | NaOH |  | Cr(OH)3 – sivozelená |
|  | NH3, NH4OH |  | Cr(OH)3 - špinavozelená |
|  | HNO3 + KClO3 / Br2 voda | Kyslé/alkalické |  |
|  | KI | Kyslé | Hnedý roztok |
| **Mn2+** | (NH4)2S |  | MnS\*H2O → MnS -ružová → zelená (var) |
|  | NaOH, NH3 |  | Mn(OH)2 → MnO(OH) – biela → hnedočierna |
|  | Na2CO3 |  | MnCO3 – biela |
|  | PbO2 | Konc. HNO3 | Fialovoružový roztok (Grumm. reakcia) |
|  | KIO4 |  | Fialovoružový roztok |
|  | K2S2O8 |  | Fialovoružový roztok |
| **Al3+** | (NH4)2S |  | Al(OH)3 – biela |
|  | KOH |  | Al(OH)3 – biela rôsolovitá |
|  | Na2HPO4 |  | AlPO4 – biela huspeninová |
|  | NH4OH |  | Al(OH)3 – biela |
|  | Na2S2O3 |  | Al(OH)3 – biela |
|  | Alizarín | CH3COOH | Tehlovočervený lak |
|  | Morín | Zried. CH3COOH | Zelený fluoreskujúci roztok |
|  | Aluminón | (NH4)2CO3 | Červený lak |
| **Zn2+** | (NH4)2S |  | ZnS – biela |
|  | KOH |  | Zn(OH)2 – biela |
|  | Na2HPO4 |  | Zn3(PO4)2 – biela |
|  | NH4OH |  | Zn(OH)2 – biela |
|  | KCN |  | Zn(CN)2 – biela |
|  | K4[Fe(CN)6] |  | Zn2[Fe(CN)6] - biela |
|  | K3[Fe(CN)6] |  | Zn3[Fe(CN)6] - svetlohnedá |
|  | Ditizón | NaOH | Zn2+ - červený chelát |
|  | Montequiho činidlo | CH3COOH | Zn[Hg(SCN)4] – biela |

**Študijný materiál z praktických cvičení – IV. trieda katiónov**

**Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.**

1. Ktoré ióny patria do IV. triedy katiónov? Ca2+, Sr2+, Ba2+
2. Čo je skupinovým činidlom katiónov IV. analytickej triedy a čo je produktom týchto reakcií?
3. Skupinové činidlo: (NH4)2CO3
4. Produkty: CaCO3 – biela zrazenina, SrCO3 – biela zrazenina, BaCO3 – biela vločkovitá → kryštalická zrazenina
5. V skúmavke máte roztok vápenatej soli, ku ktorému pridáte zriedenú kyselinu sírovú. Čo vznikne v skúmavke?

* V prípade, že tam je etanol, ktorý by bol prostredím, tak CaSO4 (biela zrazenina).

1. Napíšte chemickú reakciu iónov IV. triedy so sulfánom. Čo vzniká?

(reakcie s vodou sú tam preto, lebo sulfidy IV.-V. triedy katiónov sú rozpustné vo vode)

1. CaCl2 + H2S → CaS + 2HCl

CaS + H2O → Ca(SH)(OH)

Ca(SH)(OH) + H2O → Ca(OH)2 + H2S

1. BaCl2 + H2S → BaS + 2HCl
2. SrCl2 + H2S → SrS + 2HCl

SrS + 2H2O → Sr(OH)2 + H2S

1. V skúmavke máte číru bezfarebnú vodnú vzorku s neutrálnou hodnotou pH = 7. Aké zrážacie reakcie by ste mohli použiť na dôkaz prítomnosti Ca2+ za predpokladu prítomnosti len katiónov prvkov z V. triedy katiónov?
2. CaCl2 + zriedená H2SO4 → ↑CaCO3 + 2HCl (prostredie: EtOH)
3. CaCl2 + Na2SO3 → ↑CaSO3 + 2NaCl
4. CaCl2 + (COO)2(NH4)2 → ↑(COO)2Ca + 2NH4Cl (prostredie: neutrálne/slabo amoniakálne)
5. CaCl2 + (NH4)4[Fe(CN)6] → ↑Ca(NH4)2[Fe(CN)6] + 2NH4Cl (var, prostredie: neutrálne/amoniakálne)

* a), b) – biele zrazeniny, c), d) – biele kryštalické zrazeniny

1. Doplňte do nasledujúcich rovníc namiesto X správny prvok z katiónov prvkov IV. triedy.
   1. BaCl2 + Na2CrO4 = BaCrO4 + 2NaCl (žltá)
   2. BaCl2 + H2SO4 = BaSO4 + 2HCl (okamžite biela zrazenina)
2. Ako je možné jednotlivé ióny IV. triedy odlíšiť od seba?

a. reakcia s (COOH)2, resp. (COO)2(NH4)2:– (COO)2Ca – okamžite biela, (COO)2Sr – pomalšia reakcia, vyššie koncentrácie Ba2+ - bez zrazenia

b. prítomnosť H2SO4: CaSO4 – biela (prostredie etanolu), SrSO4 – biela po určitom čase, BaSO4 – okamžite biela

c. plameňové skúšky: Ca2+ - tehlovočerveno, Sr2+ - karmínovočerveno, Ba2+ - zeleno

1. Rodizonád sodný reaguje s Sr2+ aj Ba2+ veľmi podobne, napriek tomu sa dajú touto reakciou odlíšiť. Ako?
2. Sr2+
3. Rodizonát sodný + Sr2+→ hnedočervená škvrna

hnedočervená škvrna + HCl → odfarbenie

1. Ba2+
2. Rodizonát sodný + Ba2+ → hnedočervená škvrna

hnedočervená škvrna + HCl → sčernanie

1. Ktoré z činidiel zráža Ca2+ varu z neutrálnych alebo amoniakálnych roztokov bielu kryštalickú zrazeninu, ale Sr2+ a Ba2+ nie? (NH4)4[Fe(CN)6]
2. Napíšte špecifické reakcie katiónov IV. analytickej triedy.
3. Ca2+
4. CaCl2 + (COO)2(NH4)2 → ↑(COO)2Ca + 2NH4Cl
5. CaCl2 + (NH4)4[Fe(CN)6] → ↑Ca(NH4)2[Fe(CN)6] + 2NH4Cl
6. Sr2+
7. Rodizonát sodný + Sr2+→ hnedočervená škvrna

hnedočervená škvrna + HCl → odfarbenie

1. Ba2+
2. BaCl2 + H2SO4 → ↑BaSO4 + 2HCl
3. BaCl2 + Na2CrO4 → ↑ BaCrO4 + 2NaCl
4. Rodizonát sodný + Ba2+ → hnedočervená škvrna

hnedočervená škvrna + HCl → sčernanie

1. Na základe študijného materiálu pre praktické cvičenia – vypracujte tabuľku dôkazových skúšok pre jednotlivé katióny IV. triedy.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Katión** | **Činidlo** | **Prostredie** | **Zrazenina** |
| **Ca2+** | (NH4)2CO3  Alkalické uhličitany |  | CaCO3 – biela |
|  | Zriedená H2SO4  Rozpustné sírany | CH3CH2OH | CaSO4 - biela |
|  | Alkalické siričitany |  | CaSO3 – biela |
|  | (COO)2(NH4)2  (COOH)2 | Neutrálne/amoniakálne | (COO)2Ca - biela kryštalická |
|  | (NH4)4[Fe(CN)6] | Neutrálne/amoniakálne za varu | Ca(NH4)2[Fe(CN)6] – biela kryštalická |
| **Sr2+** | (NH4)2CO3  Alkalické uhličitany |  | SrCO3 – biela |
|  | Zriedená H2SO4  Rozpustné sírany |  | SrSO4 - biela |
|  | Alkalické chrómany  Alk. Dichrómany | Neutrálne/slabo amoniakálne | SrCrO4 – žltá (rozp. v CH3COOH) |
|  | Rodizonát sodný |  | Hnedočervená škvrna (+ HCl = odfarbenie) |
| **Ba2+** | (NH4)2CO3  Alkalické uhličitany |  | BaCO3 – biela vločkovitá → biela kryštalická |
|  | Alkalické siričitany |  | BaSO3 - biela |
|  | Zriedená H2SO4  Rozpustné sírany |  | BaSO4 - biela |
|  | Alkalické chrómany  Alk. dichrómany | neutrálne/slabo amoniakálne | BaCrO4 – žltá (nerozp. v CH3COOH) |
|  | Rodizonát sodný |  | Hnedočervená škvrna (+ HCl = sčernanie) |

**Študijný materiál z praktických cvičení – V. trieda katiónov**

**Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.**

1. Ktoré ióny patria do V. triedy katiónov? NH4+, Li+, Na+, Mg2+, K+, Rb+, Cs+
2. Čo je skupinovým činidlom katiónov V. analytickej triedy a čo je produktom týchto reakcií? Bez skupinového činidla
3. Ktorý z iónov V. triedy sa dokazuje ako prvý a prečo? NH4+ - lebo môže rušiť dôkazové reakcie alkalických kovov, preto je ho potrebné odstrániť termickým rozkladom na NH3(g)
4. Uveďte k iónu z otázky 3 špecifický dôkaz a napíšte chemické reakcie, ako by ste postupovali pri tomto dôkaze priamo v laboratóriu.

*Reakcia s Nesslerovým činidlom (K2[HgI4]):*

NH4Cl + 2K2[HgI4] +2KOH → ↑Hg2I3NH2 + KCl + 5KI + 2H2O (prostredie: alkalické)

↑Hg2I3NH2 = oranžovohnedá zrazenina (závisí od pridaného množstva amoniaku) → v prítomnosti stôp amoniaku – žlté sfarbenie

* Do skúmavky pridáme vzorku NH4+ alebo jej soľ, Nesslerovo činidlo a KOH, ktorý predstavuje alkalické prostredie pre danú reakciu. Vznikne nám oranžovohnedá zrazenina vo forme Hg2I3NH2. Ak sa tam vyskytujú stopy po amoniaku, tak je sfarbenie žlté.

1. Ako je možné jednotlivé ióny V. triedy odlíšiť od seba:

a. nemajú skupinové činidlo, ani sa nezrážajú s činidlom predchádzajúcich tried, pričom výnimkou je Mg2+, ktorý sa zráža uhličitanom (bez prítomnosti amónnych solí): ↑(MgCO3)3Mg(OH)2\*3H2O

b. odlíšenie reakciami s vínanom sodným, resp. kyselinou hexachloroplatičitou: NH4+ - NH4HC4H4O6 (biela zrazenina), (NH4)2PtCl6 (žltá zrazenina), K+ - COOK(CHOH)2COOH (biela kryštalická zrazenina)

c. plameňové skúšky: Li+ - karmínovočerveno, Na+ - žltooranžovo, K+, Rb+, Cs+ - fialovo

1. Prítomnosť Na+ farbí plameň typickú farbu. Akú? - žltooranžovú
2. Akou reakciou získavate krásnu nevädzovomodrú farbu?

a. Mg2+ + chinalizarín + NaOH → ↑ Mg2+ soľ + ...

b. Mg2+ + magnezón + zried. HCl + zried. NaOH → ↑Mg(OH)2 + ...

1. Ku vzorke obsahujúcej len vodný roztok chloridov katiónov prvkov V. triedy, pridáme hydroxid bárnatý a po zahriatí necháme unikajúcu paru pôsobiť na lakmusový papierik. Ak papierik zmení farbu, svedčí to o prítomnosti akého katiónu? Aké zafarbenie budete pozorovať? NH4+ - modré sfarbenie
2. Ktorý ión sa nezráža vínanom sodný, hexanitritokobaltitanom sodný a ani kyselinou hexachloroplatičitou? Li+
3. Napíšte špecifické reakcie katiónov V. analytickej triedy.
4. NH4+
5. NH4Cl + 2K2[HgI4] +2KOH → ↑Hg2I3NH2 + KCl + 5KI + 2H2O (prostredie: alkalické, oranžovohnedá/žltá zrazenina)
6. 3NH4Cl + Na3[Co(NO2)6] → ↑(NH4)3[Co(NO2)6] + 3NaCl (žltá zrazenina)
7. 2NH4Cl + H2PtCl6 → ↑(NH4)2PtCl6 + 2HCl (žltá zrazenina)
8. Li+
9. 3LiCl + Na2HPO4 + NH3 → ↑Li3PO4 + NH4Cl + 2NaCl (prostredie: slabo amoniakálne, biela zrazenina)
10. 2LiNO3 + Na2F2 → ↑Li2F2 + 2NaNO3 (biela zrazenina)
11. Na+
12. NaCl + K[Sb(OH)6] → ↑Na[Sb(OH)6] + KCl (biela kryštalická zrazenina)
13. 2Na+ + Zn3[(UO2)3(CH3COO)9]2 + 18H2O → Zn2+ + ↑2NaZn[(UO2)3(CH3COO)9]\*9H2O (prostredie: CH3COOH, žltá zrazenina)
14. K+
15. 2KCl + H2PtCl6 → ↑K2PtCl6 + 2HCl (prostredie: neutrálne, kryštalická zrazenina)
16. KCl + COONa(CHOH)2COOH → NaCl + ↑COOK(CHOH)2COOH (prostredie: neutrálne, biela kryštalická zrazenina)
17. KCl + HClO4 → ↑KClO4 + HCl (prostredie: neutrálne, biela kryštalická zrazenina)
18. 2KCl + Na3[Co(NO2)6] → K2Na[Co(NO2)6] + 2NaCl

3KCl + Na3[Co(NO2)6] → ↑K3[Co(NO2)6] + 3NaCl (prostredie: CH3COOH, žltá zrazenina)

1. Mg2+
2. MgCl2 + Na2HPO4 + NH3 → ↑MgNH4PO4 + 2NaCl (prostredie: amoniakálne, biela zrazenina)
3. Mg2+ + magnezón + zried. HCl + zried. NaOH → ↑Mg(OH)2 + ... (nevädzovomodrá zrazenina)
4. Na základe študijného materiálu pre praktické cvičenia – vypracujte tabuľku dôkazových skúšok pre jednotlivé katióny V. triedy.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Katión** | **Činidlo** | **Prostredie** | **Zrazenina** |
| NH4+ | Alkalické hydroxidy |  | NH3 – modré sfarbenie na lakmus. papieri  Hg – čierna |
|  | Kyselina vínna  Kyslý vínan sodný |  | NH4HC4H4O6 – biela |
|  | Nesslerovo činidlo (K2[HgI4]) | Alkalické | Hg2I3NH2 – oranžovohnedá  Ak stopy NH3 – žltá |
|  | Na3[Co(NO2)6] |  | (NH4)3[Co(NO2)6] – žltá |
|  | H2PtCl6 |  | (NH4)2PtCl6 – žltá |
| Li+ | Alkalické uhličitany  Uhličitan amónny |  | Li2CO3 – biela |
|  | Na2HPO4 | Slabo amoniakálne | Li3PO4 – biela |
|  | Na2F2 |  | Li2F2 – biela |
| Na+ | K[Sb(OH)6] | Neutrálne | Na[Sb(OH)6] – biela kryštalická |
|  | Zn3[(UO2)3(CH3COO)9]2 | CH3COOH | 2NaZn[(UO2)3(CH3COO)9]\*9H2O – žltá |
| K+ | H2PtCl4 | Neutrálne | K2PtCl6 - kryštalická |
|  | Kyslý vínan sodný  Kyselina vínna | Neutrálne | COOK(CHOH)2COOH – biela kryštalická |
|  | HClO4 | Neutrálne | KClO4 – biela kryštalická |
|  | Na3[Co(NO2)6] | CH3COOH | K3[Co(NO2)6] - žltá |
| Mg2+ | Alkalický uhličitan  Uhličitan amónny |  | (MgCO3)3Mg(OH)2\*3H2O |
|  | Alkalické hydroxidy |  | Mg(OH)2 - biela |
|  | amoniak |  | Mg(OH)2 - biela |
|  | Titánová žlť | Alkalické | Červená |
|  | Chinalizarín | NaOH | nevädzovomodrá |
|  | Roztok jódu |  | Mg(OH)2 – hnedá až tmavočervená |
|  | Na2HPO4 | Amoniakálne | MgNH2PO4 - biela |
|  | Magnezón |  | Mg(OH)2 - nevädzovomodrá |

**Študijný materiál z praktických cvičení – anióny**

**Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.**

1. Napíšte základné delenie aniónov.
2. I. trieda – zrážané BaCl2 (10%)
3. I.a podskupina – nerozpustné v zried. CH3COOH, HCl, HNO3: SO42-, SiF6-
4. I.b podskupina – nerozpustné v zried. CH3COOH, rozpustné HCl, HNO3: SO32-, S2O32-, CrO42-, Cr2O72-, F-
5. I.c podskupina – rozpustné v zried. CH3COOH, HCl, HNO3: PO43-, CO32-, SiO32-, AsO33-, AsO43-, BO2-, IO3-
6. II. Trieda – zrážanie AgNO3 (10%) – ťažko rozpustné/nerozpustné v zried. HNO3: Cl-, Br-, I-, SCN-, CN-, [Fe(CN)6]4-, S2-, HS-, ClO-, BrO3-
7. III. Trieda – bez skupinového činidla: NO2-, NO3-, ClO3-, ClO4-
8. K vybraným aniónom podľa sylabov napíšte jednu reakciu so skupinovým, jednu reakciu so selektívnym činidlo a jednu špecifickú reakciu.

I. trieda

a) SO42-

* BaCl2 + Na2SO4 → ↑BaSO4 + 2NaCl (biela zrazenina)
* (CH3COO)2Pb + Na2SO4 → ↑PbSO4 + 2CH3COONa (biela zrazenina)
* Na2SO4 + (C6H4NH2)2\*2HCl → ↑(C6H4NH2)2\*2H2SO4 + 2NaCl (špinavobiela kryštalická zrazenina)

b) SO32-

* Na2SO3 + BaCl2 → ↑BaSO3 + 2NaCl (biela zrazenina)
* Na2SO3 + 2AgNO3 → Ag2SO3 + 2NaNO3 (biela zrazenina)
* Alkalický siričitan + Na2[Fe(CN)5(NO)] → ružové sfarbenie

c) S2O32-

* Na2S2O3 + BaCl2 → ↑BaS2O3 + 2NaCl (biela zrazenina)
* (CH3COO)2Pb + Na2S2O3 → ↑PbS2O3 + 2CH3COONa (biela zrazenina, časom vznikne PbS – čierna zrazenina)
* Na2S2O3 + 2AgNO3 → ↑Ag2S2O3 + 2NaNO3 (biela zrazenina, rozklad žltú, škoricovú až na čiernu Ag2S)

d) CrO42-, Cr2O72-

* BaCl2 + Na2CrO4 → ↑BaCrO4 + 2NaCl (žltá zrazenina)
* 2AgNO3 + Na2CrO4 → ↑Ag2CrO4 + 2NaNO3 (červenohnedá zrazenina)

e) PO43-

* BaCl2 + Na2HPO4 → ↑BaHPO4 + 2NaCl (biela zrazenina)
* 3AgNO3 + Na2HPO4 → ↑Ag3PO4 + Na2HPO4 + 3NaNO3 (žltá zrazenina)
* Na2HPO4 + MgCl2 + NH3 → ↑NH4MgPO4 + 2NaCl (biela kryštalická zrazenina)

f) CO32-

* Na2CO3 + BaCl2 → ↑BaCO3 + 2NaCl (biela zrazenina)
* 2AgNO3 + Na2CO3 → ↑Ag2CO3 + 2NaNO3 (biela zrazenina)
* Na2CO3 + H2SO4 → Na2SO4 + CO2↑ + H2O

CO2 + Ba(OH)2 → ↑BaCO3 + H2O

II. trieda

a) Cl-

* NaCl + AgNO3 → ↑AgCl + NaNO3 (biela zrazenina)
* 2NaCl + (CH3COO)2Pb → ↑PbCl2 + 2CH3COONa (biela zrazenina)
* Zmes konc. H2SO4 a MnO2 – oxidácia Cl- na Cl2

b) Br-

* KBr + AgNO3 → ↑AgBr + KNO3 (žltá zrazenina)
* 2KBr + (CH3COO)2Pb → ↑PbBr2 + 2CH3COOK (biela zrazenina)
* 2KBr + Cl2 → 2KCl + Br2

c) I-

* KI + AgNO3 → ↑AgI + KNO3 (žltá tvarohovitá zrazenina)
* 2KI + (CH3COO)2Pb → ↑PbI2 + 2CH3COOK (žltá zrazenina)
* 2KI + Cl2 → I2 + 2KCl

d) SCN-

* KSCN + AgNO3 → KNO3 + ↑AgSCN (biela tvarohovitá zrazenina)
* 2KSCN + CuSO4 → ↑Cu(SCN)2 + K2SO4 (čierna zrazenina)
* 6KSCN + 3FeCl3 → Fe[Fe(SCN)6] + 6KCl (krvavočervený komplex)

e) [Fe(CN)6]4-

* K4[Fe(CN)6] + 4AgNO3 → ↑Ag4[Fe(CN)6] + 4KNO3 (biela zrazenina)
* K4[Fe(CN)6] + meďnaté soli → Cu(Cu[Fe(CN)6]) (hnedá zrazenina)
* K4[Fe(CN)6] + FeCl3 → KFe[Fe(CN)6] + 3KCl (berlínska modrá)

f) [Fe(CN)6]3-

* K3[Fe(CN)6] + 3AgNO3 → ↑Ag3[Fe(CN)6] + 3KNO3 (hnedočervená zrazenina)
* 2K3[Fe(CN)6] + 3CuSO4 → ↑Cu3[Fe(CN)6]2 + 3K2SO4 (červenohnedá zrazenina)

g) S2-

* AgNO3 + H2S → ↑Ag2S + 2HNO3 (čierna zrazenina)
* CdSO4 + H2S → ↑CdS + H2SO4 (kanáriková žltá zrazenina)

III. trieda

a) NO2-

* NaNO2 + AgNO3 → ↑AgNO2 + NaNO3 (biela zrazenina)
* 2KMnO4 + 5KNO2 + 3H2SO4 → K2SO4 + 2MnSO4 + 5KNO3 + 3H2O (odfarbenie fialového roztoku KMnO4)
* CoCl2 + 7KNO2 + 2CH3COOH → ↑K3[Co(NO2)6] + NO + H2O + 2CH3COOK + 2KCl (žltá zrazenina)

b) NO3-

* FeSO4 + konc. H2SO4 + dusičnany → [Fe(NO2)2]2+
* Difenylamín + konc. H2SO4 → modré sfarbenie
* Brucín + dusičnany → červené sfarbenie → oranžové → žlté

c) ClO4-

* (CH3COO)2Zn – amoniakálne/neutrálne prostredie → Zn(ClO4)2 (biela zrazenina)
* Metylénová modrá + chloristany + NaNO3 → zahriatie – modrofialová kryštalická zrazenina
* KCl + HClO4 → ↑KClO4 + HCl (biela zrazenina)

1. Ktoré ióny redukujú v neutrálnom prostredí I2 na I–? SO32-, S2O32-, AsO33-, CN-, [Fe(CN)6]4-, S2-
2. Ktoré ióny redukujú fialový MnO4– na bezfarebný Mn2+? Br-, I-, NO2-
3. Ktoré ióny oxidujú v kyslom prostredí I– na elementárny I2? Cr2O72-, AsO43-, NO2-, NO3-, ClO3-

Študijný materiál z praktických cvičení – gravimetria

Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.

1. Čo je to gravimetria? Je to metóda, pri ktorej zisťujeme hmotnosť reakčného produktu (zrazeniny), ktorý vznikol po reakcii analytu so zrážacím činidlom, pričom nám po vysušení alebo žíhaní vznikla látka s presne definovaním chemickým zložením.
2. Čo vplýva na čistotu zrazeniny počas jej tvorby, čím môžu byť tieto javy zapríčinené? Všetky tieto javy popíšte.

Vplýva na ňu spoluzrážanie (koprecipitácia), ktoré je zapríčinené:

1. Adsorpcia = fyzikálnochemická väzba nečistôt na zrážaný hlavný komponent
2. Oklúzia = znečistenie zrazeniny, ktoré je zapríčinené mechanickým strhaním nečistôt do tvoriacej sa zrazeniny

* Inklúzia = ak sa v rastúcich čiastočkách zrazeniny uzatvára zostávajúci roztok
* Ich nečistoty sú po čase odstránené zrením zrazeniny

1. Indukované zrážanie = jedna látka je zrážaná v danom prostredí len v prítomnosti druhej
2. Aké praktické postupy sa aplikujú, aby bola chyba stanovenia čo najmenšia? Robí sa opakované zrážanie a zrazenina sa nechá dlhšie stáť → rekryštalizácia
3. Aké postupy sa v gravimetrii využívajú na zvýšenie účinnosti izolovania stanovovanej zložky? Uvedené postupy popíšte!
4. Úprava pH

* Ak sú soli kyselín od seba dostatočne odlišné rozpustnosťou, tak vhodnou úpravou pH roztoku je možné dosiahnuť vylúčením žiadanej zložky a následnej aj jej oddeleniu.
* Rozdiel rozpustnosti hydroxidov je značný, čo umožňuje oddelenie radu kovov.
* Sulfidy kovov je možné rozdeliť na základe týchto podmienok:

1. Z kyslého prostredia minerálnej kyseliny – vylúčenie sulfidov kovov I. a II. Analytickej triedy
2. Pri hodnotách pH 5-6 – vylúčenie Zn, Co, Ni
3. Pri zásaditých hodnotách pH – vylúčenie Mn, Fe

* Organické soli je ťažké oddeliť, lebo sú málo selektívne. Použitím činidla oxínu zvýšime hodnotu pH, aby sme oddelili jednotlivé kovy. – delenie Fe, Al, Zn, Ca, Mg
* pH = 5 – vylúčenie Fe, Al, Zn
* pH = 10 – Ca, Mg

1. (od)maskovanie
2. Maskovanie iónu: Naviazanie maskovacieho činidla do komplexu, ktorý je stabilnejší ako zlúčenina, ktorá by vznikla reakciou iónu s činidlom.
3. Odmaskovanie: Vytlačenie iónu zo vzniknutého komplexu silnejším činidlom.

* Podmienky:

1. Vhodne zvoliť maskovacie činidlo i činidlo vlastného stanovenia
2. Správne zvoliť hodnotu pH zmesi
3. Dodržiavať predpísanú teplotu reakčnej zmesi
4. Zmena mocenstva

* Oddelenie zmesi Fe3+ a Al3+ prídavkom tiosíranu, ktorý redukuje Fe3+ na Fe2+
* Tiosíran v kyslom prostredí: rozklad za súčasnej spotreby H+ → zvýšenie pH, vylúčenie Al(OH)3, Fe3+ v roztoku

1. V krátkosti, heslovite, popíšte všeobecný postup gravimetrického stanovenia!
2. Odváženie vzorky (návažku) – využitie len časti vzorky
3. Uvedenie vzorky do roztoku
4. Zrážanie – od spôsobu zrážania závisia filtračné vlastnosti
5. Izolácia zrazeniny – filtrácia, dekantácia, premývanie, ....
6. Sušenie / žíhanie – sušenie: 105-135°C, žíhanie: 400-1200°C
7. Váženie produktu (výťažok) +/- 0,5 mg – rozdiel 2 po sebe idúcich vážení nesmie byť väčší ako 0,5 mg
8. Vyhodnotenie – stanovenie hmotnosti, obsahu
9. Čo je to gravimetrický faktor a na čo sa využíva? fg = Ide o pomer atómovej (molekulovej) hmotnosti stanovenej látky k molekulovej hmotnosti zlúčeniny vzhľadom na stechiometriu. Využíva sa na stanovenie väčšiny prvkov a viacerých organických látok 0,1-10% a obsahu analytu pri návažku 1 g s relatívnou chybou 1-10%.
10. Vypočítajte a napíšte hodnotu gravimetrického faktora pre iné gravimetrické stanovenie, aké sú popísane v skriptách. V stručnosti popíšte aké gravimetrické stanovenie ste si zvolili!

Stanovenie kyseliny mravčej: izolácia z okyslenej vzorky destiláciou pomocou vodnej pary, kyselina mravčia redukuje chlorid ortuťnatý na nerozpustný chlorid ortuťný, ktorý sa po vysušení zváži: HCOOH + 2HgCl2 → CO2 + Hg2Cl2 + 2HCl

fg = Mr(HCOOH)/Mr(Hg2Cl2) = 46,03g/mol / 472,09g/mol = 0,0975

1. Napíšte chemické reakcie, na ktorých je založené gravimetrické stanovenie železa!

FeCl3 + 3NH4OH → Fe(OH)3 + 3NH4Cl

2Fe(OH)3 → Fe2O3 + 3H2O

1. Heslovite popíšte postup gravimetrického stanovenia železa ako Fe2O3!
2. Roztok vzorky Fe – prenesenie do kadičky + destilovaná H2O na objem 100ml
3. + 0,5g NH4Cl/NH4NO3
4. Zoxidovanie Fe2+: + 1ml 30% H2O2
5. Roztok postojí a teplom mieste – usadenie zrazeniny
6. Číry roztok nad zrazeninou + niekoľko kvapiek zrážadla (ak sa netvorí ďalšia zrazenina, koniec zrážania)
7. Roztok 30 minút na teplom mieste = zrenie zrazeniny
8. Ukončenie zrenia – obsah kadičky filtrovaný cez filtračný papier s bielou páskou, zrazenina premývaná horúcou vodou až do negatívnej reakcie na vyplavovanie chloridových iónov
9. Prenesenie filtračného papiera do vyžívaného a vopred zváženého téglika
10. Sušenie 60 minút pri 105°C
11. Po vysušení – premiestnenie do muflovej pece pri 350°C na 45min = spopoľnenie
12. Po spopolnení – pokračovanie žíhania pri 820°C, po dosiahnutí vhodnej teploty – cca 60 minútové žíhanie
13. Po vychladnutí – odváženie zrazeniny s téglikom
14. Výpočet hmotnosti Fe2O3 a obsahu Fe vo vzorke
15. V stručnosti popíšte stanovenie síranov ako BaSO4 + reakcia.
16. Roztok prenesený do kadičky + destilovaná H2O na cca 100ml
17. + 4-5ml HCl (1:1), zahriatie roztoku, stále miešanie s 0,1M BaCl2
18. Po ukončení zrážania – postátie roztoku so zrazeninou na teplom mieste až do vyčírenia roztoku nad zrazeninou (cca 30 min)
19. Po ukončení zrenia – filtrácia cez filtračný papier s modrou páskou
20. Premytie zrazeniny na papieri horúcou vodou až do negatívnej reakcie na vyplavované Cl-
21. Prenesenie filtračného papiera do vyžívaného a vopred zváženého téglika
22. Sušenie v sušiarni a filtračný papier je spopolnený v muflovej pece pri 350°C počas 60 min
23. Po spopolnení – pokračovanie žíhania pri 800°C, do konštantnej hmotnosti BaSO4
24. Po vychladnutí – odváženie zrazeniny s téglikom
25. Výpočet rozdielu hmotnosti medzi téglikom so zrazeninou a prázdneho téglika - výpočet hmotnosti BaSO4 a obsahu SO42-
26. Za vzniku homogénneho roztoku ekvivalentného množstva FeCl3 bolo podľa predpisu rozpustených 2,5 g železnej rudy. Vzniknutý roztok bol kvantitatívne preliaty do 500 ml odmernej banky a po rysku doplnený destilovanou vodou. Po dôkladnom premiešaní Vám bol zo vzorky pipetovaný objem presne 15 ml. Pre rozbor bol použitý postup gravimetrického stanovenia Fe ako Fe2O3. Po kvantitatívnom vyzrážaní, prefiltrovaní a premytí zrazeniny bola pre korónu vírus bezodkladne zrušená praktická výučba a zrazenina bola ponechaná vo vypnutom digestore 2 mesiace. Po obnovení výuky bola dokonale suchá zrazenina odvážená a vážila presne 0,0863 g.

Poznámky: Výpočty nie je nutné realizovať v poradí a, b, c, d, e, f. Ku správnym výsledkom vedie viacero ciest od najjednoduchších po zložitejšie. Jeden z výpočtov nie je závislý na hodnotách uvedených v príklade. Odovzdávať vrátane výpočtu, nie len holé výsledky. Vypočítajte:

1. Gravimetricky faktor pre stanovenie železa,

fg = 2Mr(Fe)/Mr(Fe2O3) = 2\*55,845g/mol /159,69g/mol = 0,6994

1. koncentráciu látkového množstva, hmotnostný zlomok a hmotnosť FeCl3 v pripravenom roztoku (15 ml) pred analýzou,

m = n \* M(FeCl3) = 0,0054mol \* 162,2g/mol = 0,8758g

c = = = = 0,3656M

w = = = 0,3503 (35,03%)

1. koncentráciu látkového množstva, hmotnostný zlomok a hmotnosť Fe3+ v pripravenom roztoku (15 ml) pred analýzou,

m = n \* M(Fe3+) = 0,0054mol \* 55,845g/mol = 0,3016g

c = = = = 0,124M

w = = = 0,1206 (12,06%)

1. hmotnosť produktu a Fe v tégliku po úplnom vyžíhaní zrazeniny

m(Fe2O3) = n \* M(Fe2O3) = 0,0054mol \* 159,69g/mol = 0,862g/mol

m(Fe) = fg \* m(Fe2O3)\* = 0,6994 \* 0,0863g = 1,006g

m(Fe2O3)\* - zo zadania

1. percentuálny obsah Fe3O4 v rude (vzorka rudy obsahovala len túto zlúčeninu železa)

m = n\* M(Fe3O4) = 0,0054mol \* 231,533g/mol = 1,25g

%Fe3O4 = = = 34,97%

1. a percentuálny obsah Fe v rude.

%Fe = = = 28,14%

**Študijný materiál z praktických cvičení – odmerná analýza**

**Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.** 82-104

1. Popíšte základný princíp odmernej analýzy.

V odmernej analýze (volumetrii, titrácii) ide o meranie objemu roztoku činidla (s presnou koncentráciou), ktorý sa spotrebuje na kvantitatívny priebeh reakcie medzi činidlom a stanovovanou zložkou presne odváženej vzorky, t.j. do dosiahnutia ekvivalentného bodu.

1. Napíšte základné rozdelenie metód odmernej analýzy na základe typu reakcie medzi odmerným roztokom a stanovovanou látkou.
2. Neutralizačné (acidobázické)
3. oxidačno-redukčné (redoxné)
4. zrážacie
5. komplexotvorné
6. Napíšte základné rozdelenie odmernej analýzy podľa typu odmerného činidla.
7. Acidimetria
8. alkalimetria
9. Manganometria
10. jódometria
11. argentometria
12. komplexometria
13. Aké vlastnosti musí spĺňať základná látka?

* majú presne definované zloženie
* jedná sa o čistú látku (max. 0,01% nečistôt)
* vysoká molekulová hmotnosť (pre zníženie chyby merania)
* chemicky stále látky
* dobre rozpustné vo vode
* kvantitatívne definovaný priebeh reakcie s odmerným činidlom
* cenovo dostupné
* pri reakcii s odmerným roztokom sa dá jednoducho a správne stanoviť bod ekvivalencie

1. Čo rozumiete pod pojmom indikátor v odmernej analýze a ako delíme indikátory v závislosti od typu odmernej analýzy?

* Je to látka pridaná k roztoku analytu, registruje dosiahnutie ekvivalentného bodu zmenou sfarbenia a indikuje koniec reakcie.
* Delenie: acidobázické, redoxné, metalochrómne, i. pre zrážacie reakcie

1. Vymenujte sklo, ktoré potrebujete na prípravu 250 ml 0,2 M HCl (dopíšte, či je sklo kalibrované na vyliatie alebo na doliatie).

* Pipety – na vyliatie
* Byrety – na vyliatie
* Odmerné valce – na doliatie
* Odmerná banka – na doliatie

1. Vymenujte sklo, ktoré potrebujete na prípravu 100 ml 0,1 M kyseliny šťaveľovej (dopíšte, či je sklo kalibrované na vyliatie alebo na doliatie).

* Pipety – na vyliatie
* Byrety – na vyliatie
* Odmerné valce – na doliatie
* Odmerné banky – na doliatie
* Titračná banka – na doliatie

1. Definujte funkčnú oblasť indikátora. - FOI môžeme definovať ako rozsah pH, v ktorom sledujeme farebné zmeny indikátora.
2. Aké pravidlá je potrebné zohľadniť pri výbere vhodného indikátora.
3. Titračný exponent - ekvivalentný bod leží vo vnútri funkčnej oblasti
4. Ak je dodržaná prvá podmienka a vyhovuje viacero indikátorov, volí sa ten, ktorého zmenu vlastnosti možno okom najcitlivejšie postrehnúť a/alebo ten, ktorého funkčná oblasť je užšia
5. Rýchly a reverzibilný prechod indikátora (i.) – i. bez účasti na vedľajších reakciách
6. Koncentrácia i. potrebná pre zmenu jeho využívanej vlastnosti má byť malá, so zanedbateľnou spotrebou titračného činidla
7. Pri opakovaných titráciách – využitie rovnakého množstva i., koncentrácia roztoku i sa zvyčajne volí tak, aby na vyvolanie zreteľnej farby v oblasti ekvivalent. bodu stačilo pridanie 1-2 kvapky do 30-50 ml titračného roztoku
8. Spoľahlivosť určenia ekvivalent. bodu vizuálnou indikáciou možno zvýšiť, ak sa používajú porovnávacie roztoky, ktoré majú rovnaké vlastnosti ako titračný roztok v ekvivalent. bode
9. dostatočná rozpustnosť i. a jeho zásobné roztoky stále
10. Vymenujte aspoň 3 acidobázické indikátory (typ farbiva, sfarbenie formy v kyslom a zásaditom prostredí, funkčná oblasť pH).

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Indikátor** | **Typ indikátora** | **Sfarbenie: Kyslá + Zásaditá** | **Funkčná oblasť i.** |
| Tymolová modrá | Sulfoftaleínové farbivá | Červená + žltá | 1,2-2,8 |
| Metyloranž | Azofarbivá | Červená + žltooranžová | 3,1-4,4 |
| Brómkrezolová zeleň | Trifenylmetánové farbivá | Žltá + purpurová | 4,0-5,6 |
| Metylčerveň | Azofarbivá | Červená + žltá | 4,4-6,2 |
| Fenolftaleín | Ftaleínové farbivá | Bezfarebná + červená | 8,2-10,0 |

1. Čo môžeme štandardizovať pomocou základnej látky Na2CO3?

* zisťujeme objem odmerného roztoku kyseliny, metóda na stanovenie alkálií
* titračné činidlo: vodné ⊙ HCl, H2SO4, HNO3, HClO4 (0,1 – 1M)
* základná látka: Na2CO3

2HCl + Na2CO3 → 2NaCl+ CO2 + H2O (metyloranž)

1. Čo môžeme štandardizovať pomocou základnej látky H2C2O4?

* zisťujeme objem odmerného roztoku zásady, metóda na stanovenie kyselín
* titračné činidlo: vodné ⊙ NaOH, KOH, Ba(OH)2 (0,5 – 1M)
* základná látka: (COOH)2\*2H2O

2NaOH + H2C2O4 → Na2C2O4 + 2H2O

Na2CO3 + H2C2O4 → Na2C2O4 + H2O + CO2

1. Čo môžeme stanoviť pomocou odmerného roztoku HCl? O akú metódu odmernej analýzu ide? – štandardizácia Na2CO3 (acidimetria), stanovenie zmesi NaOH a Na2CO3, stanovenie zmesi NaHCO3 a Na2CO3, stanovenie tvrdosti vody
2. Popíšte stanovenie celkovej alkality technického NaOH. (reakcie, indikátor, farebný prechod, stručný postup stanovenia, výpočet hmotnosti stanovovanej látky)
3. NaOH + HCl → NaCl + H2O

Na2CO3 + 2HCl → 2NaCl + CO2 + H2O

1. Indikátor: metyloranž
2. Svetlobiely roztok → oranžové zafarbenie
3. Navážaná vzorka + destilovaná voda do 250 ml destilovanej banky po rysku → premiešanie → pipetovanie 25 ml roztoku → obsah banky – zriedenie na 60 ml destil. H2O → 2 kvapky metyloranže, titrácia HCl do oranžového sfarbenia → vyvarenie CO2 → prevarenie a ochladenie banky studenou vodou – dotitrovanie → 3x opakovaná titrácia → výpočty – priemerná spotreba
4. Potrebný výpočet látkového množstva HCl (n = c \* V), ktorý je rovný NaOH a následne hmotnosť NaOH (m = n \* M(NaOH))
5. Vypočítajte, koľko mililitrov 36% HCl je potrebných na prípravu 500 ml roztoku HCl s koncentráciou 0,1 mol.dm-3 [M(HCl) = 36,46 g.mol-1; ρ (36 % HCl) = 1,18 g.cm-3 ].
6. 1 M HCl ... 1 mól HCl v 1 dm3 ... 36,46 g 100 % HCl

0,1 M HCl ... 0,1 mól HCl v 1 dm3 ... 3,646 g 100 % HCl

0,1 M HCl ... 0,1 mól HCl v 0,5 dm3 ... 1,823 g 100 % HCl

1. 1,823 g ... 100 % HCl

X g ... 36 % HCl

1. Vzorku s hmotnosťou 2,9954 g sme kvantitatívne rozpustili v objeme 250 ml. Pri 3 krát opakovanej titrácii 25 ml tohto roztoku sme dosiahli spotreby 11,6 ml; 11,7 ml a 11,8 ml odmerného roztoku HCl s koncentráciou 0,5363 mol.dm-3. Vypočítajte, koľko percent NaOH obsahuje vzorka [M(NaOH) = 40 g.mol-1].

NaOH + HCl → NaCl + H2O

1. Vpriem. =
2. 0,5363 M \* 0,0117 dm3 \* 40 g/mol \* 250/50 = 2,5099 g

Študijný materiál z praktických cvičení – odmerná analýza 2.

1. Definujte základnú látku v odmernej analýze, indikátor v odmernej analýze, funkčnú oblasť indikátora, odmerne činidlo, bod ekvivalencie a titračnú krivku!

* Základná látka = presne definovaná čistá látka so známou koncentráciou
* Indikátor = Je to látka pridaná k roztoku analytu, registruje dosiahnutie ekvivalentného bodu zmenou sfarbenia a indikuje koniec reakcie
* FOI = FOI môžeme definovať ako rozsah pH, v ktorom sledujeme farebné zmeny indikátora
* Odmerné činidlo = roztok, ktorý je používaný na titráciu, objem sa meria v bode ekvivalencie
* Bod ekvivalencie = nastáva, ak sú v stechiometrickom pomere skúmaná látka (analyt) a odmerné činidlo (titrant)
* Titračná krivka = krivka, ktorá zaznamenáva veličiny, ktoré sa menia v okolí ekvivalentného bodu (graf) – zmena koncentrácie analytu a objemu titrantu

1. Vymenujte všetky druhy indikátorov (skupiny), ktoré poznáte! acidobázické, redoxné, metalochrómne, i. pre zrážacie reakcie
2. Aké podmienky musia byť splnené, aby mohol byť vybraný analyt stanovený odmernou analýzou?

* majú presne definované zloženie
* jedná sa o čistú látku (max. 0,01% nečistôt)
* vysoká molekulová hmotnosť (pre zníženie chyby merania)
* chemicky stále látky
* dobre rozpustné vo vode
* kvantitatívne definovaný priebeh reakcie s odmerným činidlom
* cenovo dostupné
* pri reakcii s odmerným roztokom sa dá jednoducho a správne stanoviť bod ekvivalencie

1. Čo je to priama a čo spätná titrácia?

* Priama titrácia = t., ktoré sú charakteristické rýchlym a kvantitatívnym priebehom reakcií a dodaním titrantu by bolo použitie spätnej titrácie nepraktické
* Spätná titrácia = t., pri ktorej sa ku stanovovanej látke pridá nadbytok jednej látky a jej zvyšok, ktorý nebol spotrebovaný sa stanoví titráciou s príslušným titrantom, pomalé reakcie

Kedy sa využíva (musí byť použitá) spätná titrácia? Uveďte príklady!

* Využitie: ak je pomalá kinetika reakcie, ak nie je vhodný indikátor
* Príklady: Stanovenie Al chelatometricky

1. Vymenujte metódy odmernej analýzy patriace k oxidačno-redukčným titráciám!

* Oxidimetria: manganometria, jodometria, bichromatometria, brómatometria
* Reduktometria: titanometria, chromometria

1. Zmenu ktorej veličiny pozorujeme pri oxidačno-redukčných titráciách, aký vzťah (zákonitosť) platí pre výpočet tejto veličiny (vzťah napísať a pomenovať) a aké indikátory sa pri týchto titráciách používajú?

* Štandardný redoxný potenciál (ŠRP)
* Nernst-Peterson rovnica: E1 = E° + ln , E = redoxný potenciál, E° = ŠRP, R = univerzálna plynová konštanta, termodynamická teplota, počet vymenených elektrónov, F = Faraday. Konšt.
* (i)reverzibilné = (ne)vratné

Aký postup pre určenie bodu ekvivalencie je ešte možné použiť, ak nie sú dostupné indikátory?

* Objektívna indikácia: potenciometria, ampérometria, polarometria
* Subjektívna i.: nadbytok odmerného činidla

1. Čo je to oxidimetria a čo je to reduktometria? Ktoré metódy redoxných titrácii patria ku oxidimetrickým a ktoré ku reduktometrickým? Kde patrí jodometria? Zdôvodnite!

* Oxidimetria = metóda, pri ktorej dochádza k spotrebe oxidačného činidla

Reduktometria = metóda, pri ktorej dochádza k spotrebe redukčného činidla

* Oxidimetria: manganometria, jodometria, bichromatometria, brómatometria

Reduktometria: titanometria, chromometria

* Jodometria k oxidačným preto, lebo sa určuje redukovadlo zo spotreby odmerného roztoku jódu

1. Popíšte stanovenie železnatých solí rozpustných vo vode (reakcie, indikátor, farebný prechod, stručný postup stanovenia, výpočet hmotnosti stanovovanej látky)!

* Reakcia: 10FeSO4 + 2KMnO4 + 8H2SO4 → 5Fe2(SO4)3 + 2MnSO4 + K2SO4 + 8H2O
* Indikátor: nadbytočná kvapka KMnO4
* Farebný prechod: → ružové sfarbenie
* Stručný postup stanovenia: vzorka preliata do 250 ml odmernej banky + po rysku destil. H2O → odpipetovanie 25 ml roztoku → obsah titračnej banky – zriedenie na 60 ml + 5 ml konc. H2SO4 → titrácia titrantom 0,02M KMnO4 do ružového zafarbenia → 3x opakujeme stanovenie
* Výpočet stanovovanej látky:

1. Čo môžeme štandardizovať pomocou základnej látky MgSO4.7H2O? komplexón III
2. Čo môžeme stanoviť pomocou odmerného roztoku komplexónu 3? MgSO4.7H2O, stanovenie celkovej tvrdosti vody, stanovenie Ca a Mg vedľa seba, stanovenie Ca, stanovenie Al

O akú metódu odmernej analýzy ide? komplexometria

1. Vymenujte indikátory a odmerné činidlá používané v komplexometrii!

* Indikátory: eriochrómčerň T, murexid, xylenolová oranžová (roztok)
* Odmerné činidlá: komplexóny (chelatóny) I-III: K I – kyselina nitrilotrioctová, K II – kyselina etyléndiamíntetraoctová (EDTA), K III – disodná soľ EDTA

Ako sa všeobecne nazývajú indikátory v komplexometrii? Ako tomuto názvu rozumiete?

* Metalochrómne i. = organické látky, ktoré tvoria s katiónmi kovu farebné komplexy

1. Vysvetlite mechanizmus indikácie bodu ekvivalencie v komplexometrii!

* Na indikáciu sú používané metalochróm. indikátory (MCHI)
* (β = konštanta stability) βind-kov < βKIII-analyt, t.j. v ekvivalentnom bode sú všetky katióny kovu viazané do pevnejšieho komplexu s chelatónom→ zmena sfarbenia roztoku
* MCHI sú pripravované v tuhej forme v pomere 1:100 dielov NaCl (vodné roztoky sa nevyužívajú, lebo ako kvapaliny polymerizujú)

1. Akú úlohu zohráva pH v komplexometrii a prečo sa používajú tlmivé roztoky?

* Rovnováha je ovplyvňovaná koncentráciou iónov H+, najmä pri titráciách prebiehajúcich v slabo kyslom prostredí → hodnota pH roztoku: udržovať počas priebehu titrácie na stálej hodnote prídavkom dostatočného množstva vhodného tlmivého roztoku
* Zvýšená acidita posúva rovnováhu doľava, resp. pri tvorbe komplexu pri titrácii sa pH postupne znižuje

1. Popíšte stanovenie horčíka a vápnika vedľa seba (reakcie, indikátory, farebný prechod, stručný postup stanovenia, výpočet hmotnosti stanovovanej látky)!

* Reakcie: Na2H2Y → 2Na+ + H2Y2-

Ca2+ + H2Y2- → CaY2- + 2H+

Mg2+ + H2Y2- → MgY2- + 2H+

* Indikátory: eriochrómčerň T (e. T)
* Farebný prechod: vínovočervený roztok → modré sfarbenie
* Postup: vzorka do 250 ml odmernej banky – po rysku destilovaná H2O → titračná banka: odpipetovanie 25 ml vzorky → zriedenie roztoku na 60 ml d. H2O + 20 ml amoniakálneho tlmivého roztoku + e. T → titrácia titrantom K III do modrého sfarbenia → 3x opakujeme postup
* Výpočet hmotnosti stanovovanej látky:

= → m (Ca, Mg) = M (Ca, Mg) . (c . V)K III

1. Stručne popíšte zrážacie titrácie

* Základom sú zrážacie reakcie s rýchlym a kvantitatívnym priebehom
* Vznik ťažko rozpustných zlúčenín (zrazenín)
* Vylúčením zrazenín – oddelenie jednej / viacerých zložiek pôvodne prítomných v roztoku od ostatných → vznik bielej / farebnej zrazeniny – použitie ako dôkaz na prítomnosť iónov

1. Vymenujte, ktoré zrážacie titrácie poznáte! – argentometria, merkurimetria
2. Ktorá veličina charakterizuje zrazeniny a čo vyjadruje? KS = súčin rozpustnosti – vyjadruje rovnovážny stav medzi rozpustenou látkou a jej zrazeninou

Študijný materiál z praktických cvičení – inštrumentálne metódy

Stanovenie študijných povinností počas prerušenia výučby kvôli Covid-19.

1. Popíšte základný princíp (podstatu) elektrochemických metód. Sú založené na meraní elektrochemickej (elektrickej) veličiny vyjadrujúcej kvantitu alebo kvalitu sledovanej látky (E, I - intenzita prúdu, Q - náboj, G - vodivosť, t).
2. Popíšte základný princíp (podstatu) optických metód. Vyhodnocujú interakcie elektromagnetického žiarenia so vzorkou.
3. Napíšte základné rozdelenie elektrochemických metód.
4. metódy spojené s elektródovou reakciou prebiehajúcou v tesnom okolí povrchu elektródy (na rozhraní elektróda-roztok): potenciometria, polarografia, ampérometria, elektrolýza, coulometria
5. metódy založené na migrácii a elektrickej vodivosti (sleduje sa určitá elektrická vlastnosť celého roztoku): konduktometria, dielektrometria
6. Napíšte základné rozdelenie optických metód.
7. ***spektrálne metódy:*** napr. RTG spektrometria
8. ***metódy založené na meraní zmeny smeru a rýchlosti žiarenia po interakcii so vzorkou:*** refraktometria, nefelometria, polarometria, turbidimetria
9. Aké elektródy používame v potenciometrii a na čo slúžia?
10. priama potenciometria → použije sa galvanický článok zložený z mernej a referenčnej elektródy (statické a prietokové meranie) – pH merná elektróda/meraný roztok/referenčná elektróda, použitie sklených elektród štandardných tlmivých roztokov
11. nepriama potenciometria (potenciometrická titrácia) → merná elektróda sa volí podľa iónu, ktorého koncentrácia sa v ekvivalentnom bode náhle mení (acidobázické titrácie – použitie pH elektród, redox titrácie – indiferentná elektróda (Pt))
12. V skratke popíšte základný rozdiel medzi spektrometriou a refraktometriou.

***a) spektrálne metódy -*** založené na meraní charakteristických vlastností svetla po interakcii so vzorkou

***b) refraktometria -*** metóda založená na zmene rýchlosti žiarenia

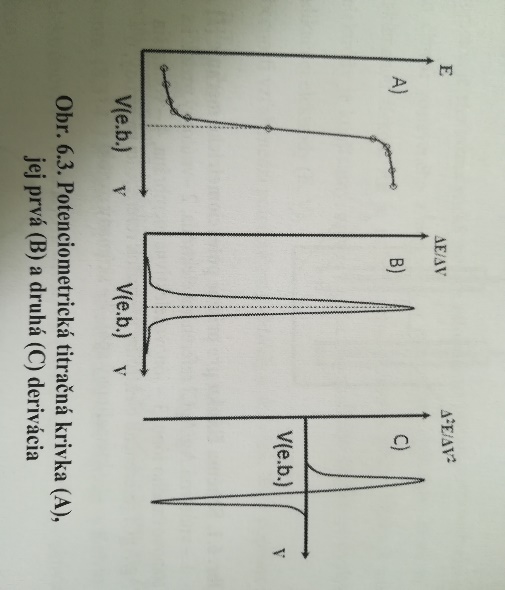
1. Definujte Lambert – Beerov zákon. →Ide o vzťah medzi koncentráciou a intenzitou absorbovaného žiarenia je v zriedených roztokoch.

A = log = 0,434.κλ.N.l, A = absorbancia, Φ = hustota monochromatického žiarenia pred a po prechode absorpčným prostredím, N = počet voľných atómov daného prvku v objemovej jednotke, κλ = atómový absorpčný koeficient, l = hrúbka absorpčného prostredia

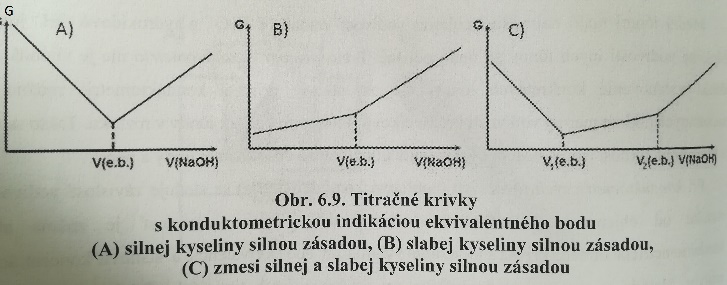
1. Definujte Lorenz – Lorentzov vzťah.

, n = lom indexu, r = merná refrakcia, ρ = hustota

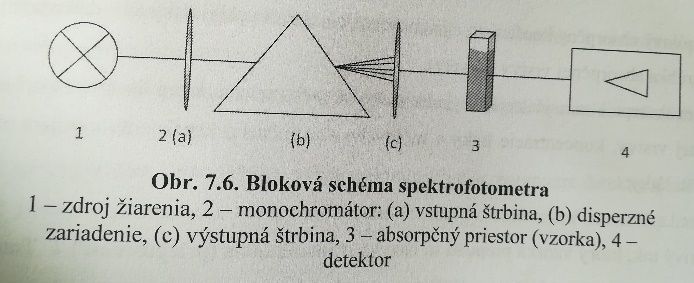
1. Definujte potenciometriu (1 – 2 vety). Je to elektrochemická metóda umožňujúca kvantitatívne stanovenie látky, ako aj rôznych fyzikálno-chemických konštánt (KS, KA, a) meraním napätia galvanického článku.
2. Definujte konduktometriu (1 – 2 vety). Je to elektroanalytická metóda umožňujúca stanoviť koncentráciu iónov v roztoku na základe merania ich vodivosti.
3. Definujte spektrometriu (1 – 2 vety). Je založená na meraní charakteristických vlastností svetla po interakcii so vzorkou. Výsledkom analýz je spektrum.
4. Definujte refraktometriu (1 – 2 vety). Je to metóda založená na zmene rýchlosti žiarenia.
5. Akú závislosť sledujeme pri potenciometrických titráciách? Znázornite priebeh titračnej krivky a vyznačte v nej ekvivalentný bod. Sleduje sa závislosť zmeny potenciálu indikačnej elektródy zodpovedajúcej objemu odmerného činidla (od stupňa titrácie)



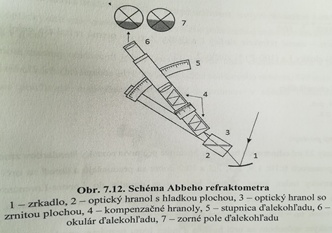
1. Akú závislosť sledujeme pri konduktometrických titráciách? Znázornite priebeh titračnej krivky a vyznačte v nej ekvivalentný bod.

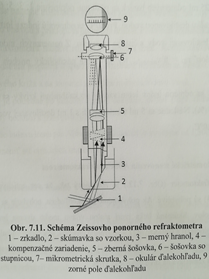


1. Aké závislosti sledujeme pri spektrofotometrickom stanovení? Závislosti znázornite. Sledujeme fyzikálno-chemické zmeny, dochádza k zmene absorpčného spektra/absorbancii roztoku skúmanej látky.



1. Aké závislosti sledujeme pri refraktometrickom stanovení? Závislosti znázornite pre stanovenie suchým (Abbého) refraktometrom a pre stanovenie ponorným refraktometrom. Sledujeme index lomu n, čo využíva sa na identifikáciu látky n = f(T, p)





1. Popíšte stanovenie obsahu halogenidov – potenciometricky (princíp, stručný postup stanovenia, reakcie, výpočet hmotnosti stanovovanej látky).

* Princíp: látky sa vylučujú vo forme nerozpustných látok (AgX), klesá koncentrácia aniónov, rastie katiónu
* Postup: vzorka do 100 ml odmernej banky, po rysku destilovanej vody (DV) → pipetovanie 25 ml do kadičky → kadičku doplniť DV tak, aby boli elektródy ponorené + 5 g Ba(NO3)2, titrácia 0,05M AgNO3 → tabuľka: hodnoty spotreby AgNO3, potenciál → graf: závislosť E, mV = f(VAgNO3), ml – tri zlomy (rôzne sfarbenia zrazenín)
* Reakcie: X- + AgNO3 → AgX + NO3-
* Výpočet hmotnosti:

KS(AgX) = c2 → c = √KS

m = (c.V)(činidlo).M(AgX)

1. Popíšte stanovenie zmesi slabej a silnej kyseliny vedľa seba – konduktometricky (princíp, stručný postup stanovenia, reakcie, výpočet hmotnosti stanovovanej látky).

* Princíp: meranie vodivosti roztoku po niekoľkých pridaniach pred ekvivalentným bodom (EB) a za EB, premiešanie magnetickým miešadlom (po vypnutí sa meria vodivosť), krivka: (úloha 14., obrázok C)
* Postup: vzorky kyselín preliate do kadičky – ponorenie zvonkovej elektródy → 0,5 ml 0,1M NaOH → premiešanie, odčítanie vodivostí → tabuľka, graf (dva zlomy, dva EB)
* Reakcie: HCl + CH3COOH + 2NaOH → NaCl + CH3COONa + H2O
* Výpočet hmotnosti:

m = (c.V)(činidlo).M(sodné soli)

1. Popíšte stanovenie metylalkoholu a etylalkoholu v zmesi Abbéovým refraktometrom (princíp, stručný postup stanovenia, reakcie, výpočet percentuálneho zloženia zmesi).

* Princíp: pohyblivý set hranolov a ďalekohľad (pohyb ď. → pohyb h.) → skúmaná vzorka medzi hranolmi → správne nastavenie medzného uhla v zornom poli okulára je ostré rozhrania svetla a tieňa
* Postup: do 25 ml odmerných baniek – príprava štandardov EtOH a MeOH v rôznych pomeroch → premiešanie → určenie hustotu a indexu lomu → dosadenie do Lorentz-Lorenzovho vzťahu, výpočet merných refrakcií všetkých zmesí ako aj čistých látok, grafická závislosť nD = f(wzmes, %) → ten istý postup pri neznámej vzorke – porovnanie hodnôt
* Reakcie: CH3OH + CH3CH2OH → zmes alkoholov
* Výpočet %: wMeOH/EtOH = =

1. Stanovenie metylalkoholu vo vodných roztokoch ponorným refraktometrom (princíp, stručný postup stanovenia, reakcie, výpočet percentuálneho zloženia zmesi).

* Princíp: zväzok lúčov - zrkadlo → kadička so vzorkou → merný hranol (rozklad, lámanie) → kompenzačný hranol (skladanie na biele svetlo) → zberná šošovka: svetlo na sietnicu → okulár: odčítanie polohy rozhrania svetla a tieňa
* Postup: do 25 ml odmerných baniek – pipetovanie 1-24ml CH3OH (MeOH), po značku: DV → 20°C – meranie indexov lomu zmesí aj DV a čistého MeOH → zostrojenie kalibračnej krivky nD = f(wMeOH, %) – parabola s maximom pri 60% → meranie indexu lomu vzorky, odčítanie 2 zložení zmesí z kalibračnej krivky → zriedenie: 5ml vzorky, 1 ml DV → meranie indexu lomu pri 20°C
* Reakcie: CH3OH (l) + H2O (l) → CH3OH (aq)
* Výpočet %: w = =

1. Vypočítajte titračnú krivku manganometrickej titrácie 10 ml roztoku železnatých iónov s koncentráciou 0,1 M Fe2+ odmerným roztokom KMnO4 s koncentráciou 0,02 M v silne kyslom prostredí. Aktivitný koeficient všetkých zložiek = 1. Výsledky graficky znázornite. V grafe označte bod ekvivalencie.

Fe3+ + e- ↔ Fe2+ E° = 0,771 V (pred bodom ekvivalencie)

MnO4- + 8H+ + 5e- ↔ Mn2+ + 4H2O E° = 1,51 V (za bodom ekvivalencie)

Vyneste grafickú závislosť E = f(V).

1. Pred ekvivalentným bodom:
2. V = 2 ml
3. KMnO4:Fe2+ (Fe3+) ... 1:5

5n(KMnO4) = n(Fe2+, Fe3+)

5.(c.V)KMnO4 = n(Fe2+, Fe3+)

5.0,02M.0,002l = n(Fe2+, Fe3+)

0,0002mol = n(Fe2+, Fe3+)

1. Počiatočný stav látkového množstva Fe2+: n = c.V = 0,01l.0,1M = 0,001mol
2. Stav po pridaní 2ml KMnO4: n(Fe2+) = 0,001mol – 0,0002mol = 0,0008mol
3. Vzrast koncentrácie Fe2+: c = = = 0,067mol/l
4. Vzrast koncentrácie Fe3+: c = = = 0,017mol/l
5. Nerstova rovnica: E = E0 + ln = 0,771 + log = 0,736 V
6. V = 4 ml
7. KMnO4:Fe2+ (Fe3+) ... 1:5

5n(KMnO4) = n(Fe2+, Fe3+)

5.(c.V)KMnO4 = n(Fe2+, Fe3+)

5.0,02M.0,004l = n(Fe2+, Fe3+)

0,0004mol = n(Fe2+, Fe3+)

1. Počiatočný stav látkového množstva Fe2+: n = c.V = 0,01l.0,1M = 0,001mol
2. Stav po pridaní 4ml KMnO4: n(Fe2+) = 0,001mol – 0,0004mol = 0,0006mol
3. Vzrast koncentrácie Fe2+: c = = = 0,043mol/l
4. Vzrast koncentrácie Fe3+: c = = = 0,029mol/l
5. Nerstova rovnica: E = E0 + ln = 0,771 + log = 0,761 V
6. V = 6 ml
7. (KMnO4:Fe2+ (Fe3+) ... 1:5

5n(KMnO4) = n(Fe2+, Fe3+)

5.(c.V)KMnO4 = n(Fe2+, Fe3+)

5.0,02M.0,006l = n(Fe2+, Fe3+)

0,0006mol = n(Fe2+, Fe3+)

1. Počiatočný stav látkového množstva Fe2+: n = c.V = 0,01l.0,1M = 0,001mol
2. Stav po pridaní 6ml KMnO4: n(Fe2+) = 0,001mol – 0,0006mol = 0,0004mol
3. Vzrast koncentrácie Fe2+: c = = = 0,025mol/l
4. Vzrast koncentrácie Fe3+: c = = = 0,038mol/l
5. Nerstova rovnica: E = E0 + ln = 0,771 + log = 0,782 V
6. V = 8 ml
7. KMnO4:Fe2+ (Fe3+) ... 1:5

5n(KMnO4) = n(Fe2+, Fe3+)

5.(c.V)KMnO4 = n(Fe2+, Fe3+)

5.0,02M.0,008l = n(Fe2+, Fe3+)

0,0008mol = n(Fe2+, Fe3+)

1. Počiatočný stav látkového množstva Fe2+: n = c.V = 0,01l.0,1M = 0,001mol
2. Stav po pridaní 8ml KMnO4: n(Fe2+) = 0,001mol – 0,0008mol = 0,0002mol
3. Vzrast koncentrácie Fe2+: c = = = 0,011mol/l
4. Vzrast koncentrácie Fe3+: c = = = 0,044mol/l
5. Nerstova rovnica: E = E0 + ln = 0,771 + log = 0,807 V
6. V ekvivalentnom bode:

E = = = 1,37 V

ξ = = = = 0,0002 mol

VEB = = = 0,01 l = 10 ml

1. Po ekvivalentnom bode
2. V = 12 ml
3. (MnO4-) =
4. (Mn2+) = 0,0091 M
5. E = E0 + ln = 1,51 + log = 1,502 V
6. V = 14 ml
7. (MnO4-) =
8. (Mn2+) = 0,0083 M
9. E = E0 + ln = 1,51 + log = 1,505 V
10. V = 16 ml
11. (MnO4-) =
12. (Mn2+) = 0,0077 M
13. E = E0 + ln = 1,51 + log = 1,519 V
14. V = 18 ml
15. (MnO4-) =
16. (Mn2+) = 0,0071 M
17. E = E0 + ln = 1,51 + log = 1,509 V