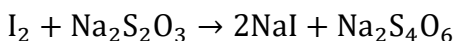
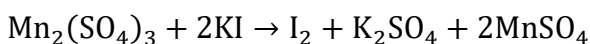
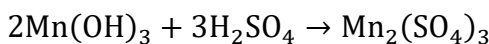
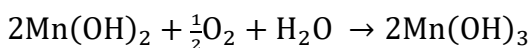
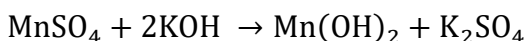


JODOMETRICKÉ STANOVENÍ ROZPUŠTĚNÉHO KYSLÍKU

(podle Winklera v Alsterbergově modifikaci)

Principem stanovení je reakce rozpuštěného kyslíku s hydroxidem manganatým (vyloučeném ve vzorku) v alkalickém prostředí za vzniku ekvivalentního množství hydroxidu manganitého (rezavě hnědá sraženina). Po okyselení a přidavku jodidu draselného vzniká ekvivalentní množství jodu, které se stanoví titrací thiosíranem sodným na škrob jako indikátor. **Kyslík se tedy stanovuje nepřímou** (jako jod).

Rušivý vliv dusitanů je eliminován přidavkem azidu (☞).



Metoda je vhodná pro koncentrace $> 0,2 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$.

Pomůcky: 3x kyslíkovka (100-150 ml)- každá má přesně vyznačený objem

NESMÍ SE ZAMĚNIT ZÁTKA

2x speciální pipeta s nezúženým ústím

3x titrační baňka

Činidla: **MnSO₄** (380 g MnSO₄·H₂O se rozpustí v demi vodě a doplní do 1 l)

Srážecí roztok (350 g KOH a 75 g KI se rozpustí v demi vodě a po ochlazení se doplní do 500 ml).

V případě rušivého vlivu se k roztoku přidá **5 g NaN₃** rozpuštěného v demi vodě a poté až se roztok doplní do 500 ml.

H₂SO₄ (zředěná 1:1)

Na₂S₂O₃ (titrační roztok $c = 0,025 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)

(6,2 g Na₂S₂O₃·5H₂O a 0,4 g NaOH se rozpustí v demi vodě a doplní do 1 l)

Škrob (indikátorový roztok)

Postup:

Odběr vzorku z vodovodního řadu se provádí pomocí skleněné trubičky nebo plastové hadičky a přivádí se ke dnu kyslíkovky. Objem vzorku se nechá aspoň **5x vyměnit**. Kyslíkovka se zazátkuje tak, aby pod zátkou nezůstala vzduchová bublina. Fixace vzorku se provede přidáním **1 ml roztoku MnSO_4** pod hladinu vzorku a **2 ml srážecího roztoku** také pod hladinu vzorku. Kyslíkovka se opět zazátkuje, aby pod zátkou nezůstala vzduchová bublina. Hrdlo kyslíkovky se opláchne a několikerým obracením se obsah kyslíkovky promíchá, dokud nevznikne dobře usaditelná sraženina. Poté se nechá stát **30 min ve tmě**.

Po usazení sraženiny se pod hladinu přidá **1,5 ml zředěné H_2SO_4** . Proces zazátkování, omytí hrda, promíchání se zopakuje, a nechá se stát ve tmě dalších **5 min**. Poté se obsah kyslíkovky přelije do titrační baňky a demi vodou se opláchnou zbytky z kyslíkovky i zátky.

Titruje se odměrným roztokem **$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$** do světle žlutého zbarvení, po přidání **škrobu** (zmodrá) se dotitruje do odbarvení.

Výpočet:

$$\rho = \frac{[f_t \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{O}_2) \cdot 10^3]}{V_V} \quad [\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}]$$

$$V_V = V_k - V_{\text{č}} \quad [\text{ml}]$$

f_t titrační přepočítávací faktor, $f_t = 1/4$

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ látková koncentrace odměrného roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [$\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$]

$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ objem odměrného roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ spotřebovaný do konce titrace [ml]

$M(\text{O}_2)$ molární hmotnost $\text{O}_2 = 32 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

V_V objem vzorku [ml]

V_k objem kyslíkovky [ml]

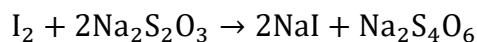
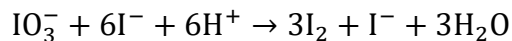
$V_{\text{č}}$ objem srážecích roztoků přidanych do kyslíkovky při fixaci vzorku [ml]

STANOVENÍ SE PROVEDE MINIMÁLNĚ TŘIKRÁT

STANOVENÍ TITRU ROZTOKU $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

(je třeba pro výpočty stanovení rozpuštěného kyslíku a siřičitanů)

Princip:



Pomůcky: 3x 250 ml Erlenmayerova baňka se zátkou

Činidla: KIO_3 (2,675 g KIO_3 doplněno na 1 l)

H_2SO_4 ($c = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)

(56 ml H_2SO_4 -1,84 g·cm⁻³ se smíchá s demi vodou a doplní na 1 l)

KI p.a (pevný)

Škrob (indikátorový roztok)

Postup:

Na analytických vahách se odváží as 0,67 g KIO_3 (přesná hodnota se zapíše) a následně rozpustí v demi vodě a doplní v odměrné baňce na 250 ml.

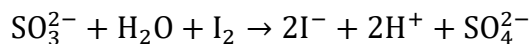
Do 250 zábrusové Erlenmayerovy baňky se nalije 100 ml demi vody, přidá se **0,5 g KI**, **5 ml roztoku 1M H_2SO_4** a odpipetuje se **5 ml** standardního odměrného roztoku KIO_3 . Baňka se uzavře, promíchá se její obsah a nechá stát asi **5 min** ve tmě. Po uplynutí doby se směs titruje roztokem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, po přidání **škrobu** (zmodrá) se dotitruje do odbarvení.

STANOVENÍ SE PROVEDE MINIMÁLNĚ TŘIKRÁT

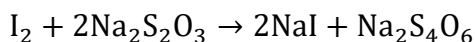
JODOMETRICKÉ STANOVENÍ SIŘIČITANŮ V ROZTOKU

Princip:

Siřičitany redukují v kyselém prostředí jod a přitom se oxidují na sírany.



Nezreagovaný jod se stanoví titrací odměrným roztokem thiosíranu sodného na škrob.



Metoda je vhodná pro koncentrace $\text{SO}_3^{2-} > 1 \text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$.

U uvedeného postupu se nepředpokládá rušivý vliv dalších látek (organické látky, sulfan, dusitany, železo).

Pomůcky: 2x kyslíkovka (250 - 300 ml)- každá má přesně vyznačený objem

NESMÍ SE ZAMĚNIT ZÁTKA

1x speciální pipeta s nezúženým ústím

2x titrační baňka (500 ml)

Činidla:

H₃PO₄ (25% roztok)

(196,8 ml H₃PO₄- 1,7 g·cm⁻³, 85%; se doplní demi vodou do 1 l)

I₂ (c= 0,05 mol·l⁻¹; **ředit 2x**)

(12,7 g přesublimovaného jodu se rozpustí spolu s 10 g KI ve 40 ml demi vody a poté doplní na 1 l)

Na₂S₂O₃ (titrační roztok c = 0,025 mol·l⁻¹)

(6,2 g Na₂S₂O₃·5H₂O a 0,4 g NaOH se rozpustí v demi vodě a doplní do 1 l)

Škrob (indikátorový roztok)

Vzorek Na₂SO₃ (·7H₂O) -pevný

Postup:

Připraví se roztok siřičitanu sodného **těsně před použitím!** - maximálně 0,150 g do 1 litru demi vody.

Do kyslíkovky o známém objemu se nalije až po okraj roztok právě připraveného roztoku siřičitanu sodného a uzavře se zátkou. Pipetou se přidá **5 ml roztoku jodu** (slabě žluté zbarvení) a druhou speciální pipetou se přidá **3 ml H₃PO₄**. Opět se kyslíkovka uzavře zátkou, promíchá a nechá se stát **5 min** ve tmě. Poté se směs převede do titrační baňky (500 ml), přebytek jodu se titruje odměrným roztokem **Na₂S₂O₃**, po přidání **škrobu** (zmodrá) se dotitruje do odbarvení.

STANOVENÍ SE PROVEDE MINIMÁLNĚ DVAKRÁT

Výpočet:

Pro výpočet koncentrace siřičitanu v roztoku je možné využít dva vzorce, pro oba platí, že je nutné provést ještě doplňkové stanovení. Vyberte si variantu, není nutné provádět obě.

• Varianta 1

$$\rho(SO_3^{2-}) = \frac{\{[c(I_2) \cdot V(I_2) - f_t \cdot c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3)] \cdot M(SO_3^{2-}) \cdot 10^3\}}{V_V} \quad [mg \cdot l^{-1}]$$

$$V_V = V_k - V_{\xi} \quad [ml]$$

f_t titrační přepočítávací faktor, $f_t = 1/2$

$c(I_2)$ látková koncentrace odměrného roztoku I_2 [$mol \cdot l^{-1}$]

$V(I_2)$ celkový objem přidaného odměrného roztoku I_2 [ml]

$c(Na_2S_2O_3)$ látková koncentrace odměrného roztoku $Na_2S_2O_3$ [$mol \cdot l^{-1}$]

$V(Na_2S_2O_3)$ objem odměrného roztoku $Na_2S_2O_3$ spotřebovaný do konce titrace [ml]

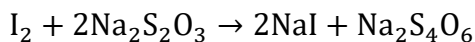
$M(SO_3^{2-})$ molární hmotnost $SO_3^{2-} = 80 g \cdot mol^{-1}$

V_V objem vzorku [ml]

V_k objem kyslíkovky [ml]

V_{ξ} objem srážecích roztoků přidaných do kyslíkovky při fixaci vzorku [ml]

Stanovení přesné koncentrace I_2



Postup:

Do titrační baňky se nalije 100 ml demi vody, odpipetuje se 2 ml roztoku jodu a titruje se odměrným roztokem $Na_2S_2O_3$, po přidání škrobu (zmodrá) se dotitruje do odbarvení.

STANOVENÍ SE PROVEDE MINIMÁLNĚ TŘIKRÁT

• Varianta 2

$$\rho = \frac{[(V_s - V_e) \cdot f_t \cdot c(Na_2S_2O_3) \cdot M(SO_3^{2-}) \cdot 10^3]}{V_V} \quad [mg \cdot l^{-1}]$$

$$V_V = V_k - V_{\check{c}} \quad [ml]$$

f_t titrační přepočítávací faktor, $f_t = \frac{1}{2}$

V_s spotřeba titračního roztoku pro slepé stanovení [ml]

V_e spotřeba titračního roztoku pro titraci vzorku [ml]

$c(Na_2S_2O_3)$ látková koncentrace odměrného roztoku $Na_2S_2O_3$ [$mol \cdot l^{-1}$]

$M(SO_3^{2-})$ molární hmotnost $SO_3^{2-} = 80 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$

V_V objem vzorku [ml]

V_k objem kyslíkovky [ml]

$V_{\check{c}}$ objem srážecích roztoků přidanych do kyslíkovky při fixaci vzorku [ml]

Slepé stanovení

Slepé stanovení se provádí stejně jako stanovení vzorku a to pro každou kyslíkovku zvlášť.

STANOVENÍ SE PROVEDE PRO KAŽDOU POUŽITOU KYSLÍKOVKU