

Fotometrické stanovení manganu v neželezné slitině

Úvod:

Ionty manganaté lze poměrně snadno zoxidovat na fialově zbarvené anionty MnO_4^- , jejichž fotometrické stanovení je stále jednou z nejužívanějších metod stanovení manganu. Absorpční křivka vykazuje ve viditelné oblasti dvě málo intenzivní maxima ($\epsilon = 2440$ a 2343). Stanovení je poměrně značně specifické, ruší redukující látky a zbarvené ionty.

Úkol:

Spektrofotometricky stanovit obsah manganu v neželezné slitině (mosazi aj.)

Postup:

a) příprava vzorku:

Asi 0,5g (přesně odvážit) slitiny se rozpustí za mírné teploty po okyselení 10 ml zřed. HNO_3 (1:1) v kádince objemu 400 ml (přikryté hodinovým sklem). Po rozpuštění vzorku se vyvaří oxidy dusíku, hodinové sklo a stěny kádinky se opláchnou vodou., přidá se 10 – 15 ml zř. kyseliny dusičné, případná sraženina se odfiltruje a zředí vodou na definovaný objem ve 100 ml odměrné baňce.

b) Stanovení manganu (dva postupy):

- I. Roztok obsahující 0,06-1,2 mg Mn^{2+} (10 ml zásobního roztoku) se okyselí 3-8 ml konc. HNO_3 a stejným objemem konc. kyseliny fosforečné, přidá se 0,1-0,25 g pevného KIO_3 a roztok se 2-5 minut povaří. Po ochlazení na laboratorní teplotu se v odměrné baňce doplní vodou na 50 ml. (Pro kontrolu lze zhotovit absorpční křivku). Stanovení se provede při vlnové délce prvního maxima.
- II. Ke kyselému roztoku (0,06 – 1,2 mg Mn^{2+}) se přidá 0,5 ml 2% AgNO_3 0,5g pevného $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ nebo $\text{NH}_4\text{S}_2\text{O}_8$ povaří se asi 2 minuty, doplní na definovaný objem 50 ml. (Pro kontrolu lze zhotovit absorpční křivku). Obsah Mn se stanoví při vlnové délce prvního maxima.

Základní roztok se připraví rozpuštěním 0,02748 g MnSO_4 (vyžíhaného při 500°C) v 1 ml zřed. kyseliny sírové (1:4) a doplněním vodou na 100 ml. Kalibrační roztok s optimální koncentrací KMnO_4 (tj. po oxidaci MnSO_4) se použije ke zhotovení absorpční křivky ve viditelné oblasti spektra.