

Univerzita Karlova
Přírodovědecká fakulta



Mgr. Jan Břížďala

**Aplikované experimenty s využitím měřicích přístrojů pro
výuku analytické chemie na středních školách**

Applied experiments with the use of measuring instruments for the
analytical chemistry teaching at high schools

Typ závěrečné práce:
Rigorózní práce (Příloha)

Praha 2018

OBSAH

1. <i>Analytická chemie</i>	5
1.1 Kvalitativní analýza	5
1.2 Kvantitativní analýza	7
1.2.1 Vážková analýza	7
1.2.2 Odměrná analýza	7
1.3 Optické metody	9
1.4 Vyhodnocování naměřených dat	10
2. <i>Základy práce v chemické laboratoři</i>	11
2.1 Bezpečnost práce	12
2.2 Chemické veličiny	13
2.3 Laboratorní pomůcky a přístroje	18
2.4 Laboratorní postupy	22
2.5 Varovné symboly	26
2.6 Práce s měřicími přístroji	27
2.7 Chemický software	28
3. <i>Laboratorní úlohy</i>	29
3.1 Extrakce a chromatografie rostlinných barviv	30
3.2 Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru	34
3.3 Stanovení obsahu alkoholu v destilátech	38
3.4 Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka	42
3.5 Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu	46
3.6 Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce	50

3.7	Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách	54
3.8	Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně	58
3.9	Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředku Savo	62
3.10	Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku	66
4.	<i>Metodické pokyny a testové úlohy</i>	70
4.1	Extrakce a chromatografie rostlinných barviv	71
4.2	Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru	75
4.3	Stanovení obsahu alkoholu v destilátu	78
4.4	Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka	79
4.5	Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu	82
4.6	Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce	85
4.7	Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách	88
4.8	Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně	91
4.9	Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředku Savo	94
4.10	Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku	97

1. ANALYTICKÁ CHEMIE

Analytická chemie je vědní disciplína zabývající se rozbory (analýzami) chemických látek a směsí. Podle stanoveného cíle chemické analýzy se rozlišuje analýza **kvalitativní** (určuje se, která látka je přítomna ve studovaném vzorku) a **kvantitativní** (stanovuje se množství přítomné konkrétní látky).

Před realizací samotné analýzy je zapotřebí si připravit zkoumaný vzorek. Je-li součástí nějaké směsi, musí se nejprve izolovat pomocí některé ze **separačních metod** (např. filtrace, destilace, extrakce, chromatografie, krystalizace, sublimace). Pro analýzu se následně používá buď určitá hmotnost látky (obvykle v případě pevných látek) nebo její objem (obvykle v případě kapalin). V rámci chemické analýzy se často používají analytické metody **gravimetrické** (vážková analýza) či **volumetrické** (odměrná analýza). V současnosti se stále častěji využívají instrumentální metody (např. optické - spektrofotometrie, elektrochemické - potenciometrie aj.).

1.1 Kvalitativní analýza

Pomocí důkazových reakcí je možné prokazovat přítomnost nejrůznějších kationtů, aniontů, plynů či přírodních látek (sacharidů, bílkovin, tuků...). Pro důkaz přítomnosti jednotlivých iontů se mohou použít například **skupinové reakce**.

Při sulfanových skupinových reakcích **kationtů** se rozdělují analyty do **5 tříd** podle toho, zda se při postupném testování sráží či nikoliv některým z tzv. skupinových činidel. Obdobně se na stejném principu rozdělují anionty do **3 tříd**. Tabulky 1.1 a 1.2 obsahují přehled tříd kationtů a aniontů a odpovídajících skupinových činidel.

Tab. 1.1 Analytické třídy kationtů

Třída kationtů	Skupinové činidlo způsobující vznik sraženiny	Příklady kationtů dané třídy
1.	HCl	Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺
2.A	H ₂ S + HCl	Bi ³⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Pb ²⁺
2.B	Na ₂ S + NaOH	As ⁵⁺ , Hg ²⁺ , Sb ⁵⁺ , Sn ⁴⁺
3.A	NaOH + Na ₂ O ₂	Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Zn ²⁺
3.B	H ₂ S + NH ₃	Fe ³⁺ , Mn ²⁺ , Ni ²⁺ , Co ²⁺
4.	Na ₂ CO ₃	Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Ba ²⁺ , Mg ²⁺
5.	(nesráží se)	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺ , Mg ²⁺

Tab. 1.2 Analytické třídy aniontů

Třída aniontů	Skupinové činidlo způsobující vznik sraženiny	Příklady aniontů dané třídy
1.	Ba(NO ₃) ₂	SO ₄ ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻ , CrO ₄ ²⁻ , Cr ₂ O ₇ ²⁻ , F ⁻ , HPO ₄ ²⁻ , BO ₂ ⁻ , CO ₃ ²⁻ , SiO ₃ ²⁻
2.	AgNO ₃	Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ , CN ⁻ , SCN ⁻ , S ²⁻ , NO ₂ ⁻
3.	(nesráží se)	NO ₃ ⁻ , ClO ₃ ⁻ , ClO ₄ ⁻

Podle barvy vzniklé sraženiny se dále určuje, o jaký ion se jedná, případně se provádí další **specifické reakce**. Například amonné kationty se dokazují reakcí s Nesslerovým činidlem (K₂[HgI₄]) za vzniku béžové sraženiny (při nízkých koncentracích žlutého roztoku):



Bílkoviny se dokazují pomocí **biuretové reakce** (prokazuje se přítomnost peptidové vazby -CO-NH-) nebo **xanthoproteinové reakce** (prokazuje se přítomnost aromatických aminokyselin). Při biuretové reakci vytváří měďnaté kationty v zásaditém prostředí fialový komplex s peptidovou vazbou, zatímco v případě xanthoproteinové reakce probíhá nitrace aromatického cyklu aminokyseliny tvořící bílkovinu.

1.2 Kvantitativní analýza

Pro učení množství přítomné chemické látky ve studovaném vzorku se využívají kvantitativní analytické metody (gravimetrické, volumetrické apod.).

1.2.1 Vážková analýza

Při **gravimetrii** (vážkové analýze) se vychází z počáteční hmotnosti studovaného vzorku. Ten se následnými vhodně zvolenými reakcemi převede na sraženinu o známém složení, jejíž hmotnost je možné přesně určit. Ze znalosti vyčíslené chemické rovnice přeměny výchozí látky na nový produkt je možné vypočítat hmotnostní zastoupení studované látky v původním vzorku. Gravimetrie je časově náročná metoda, a tak se ve školské praxi málo kdy provádí.

1.2.2 Odměrná analýza

Ve **volumetrii** (odměrné analýze) se používá metoda zvaná titrace. Při ní se neznámý vzorek nechává reagovat s odměrným roztokem o známé koncentraci, která se obvykle zjišťuje při tzv. standardizaci. Ze spotřebovaného objemu odměrného roztoku v **bodě ekvivalence**, tj. při úplném zreagování výchozí látky, se ze znalosti vyčíslené chemické rovnice titrace vypočítá obsah stanovované látky ve studovaném vzorku. Bod ekvivalence se prokazuje pomocí různých indikátorů nebo instrumentální techniky. Podle způsobu provedení titrace se rozlišuje:

- **Přímá titrace:** ke stanovované látce se přímo přidává odměrný roztok.
- **Nepřímá titrace:** ke stanovované látce se přidá nadbytek činidla, přičemž se následně odměrným roztokem stanovuje množství vzniklého produktu.
- **Zpětná titrace:** ke stanovované látce se přidá nadbytek odměrného roztoku, přičemž se následně stanovuje množství přebytečného odměrného roztoku.

Podle typu chemické reakce uskutečňované při titraci se rozlišuje:

- **Acidobazická titrace:** probíhá reakce mezi kyselinou a zásadou. Jestliže je odměrným roztokem zásada, jedná se o alkalimetrii (alkalimetrickou titraci), v opačném případě (je-li použitým odměrným roztokem kyselina) se jedná o acidimetrii (acidometrickou titraci). Bod ekvivalence se obvykle indikuje pomocí acidobazických indikátorů (např. fenolftalein, methylčerveně), nebo pH elektrody. Pro standardizaci odměrného roztoku kyseliny se obvykle používá známá navážka tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, zásada se standardizuje pomocí navážky dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$.

- **Srážecí titrace:** při reakci vzniká sraženina málo rozpustné (téměř nerozpustné) sloučeniny. Příkladem tohoto stanovení je argentometrie (argentometrická titrace), při kterých se používá jako odměrný roztok dusičnan stříbrný. Ten reaguje s chloridy, bromidy a jodidy za vzniku sraženin, které je možné indikovat například pomocí fluoresceinu (stanovení dle Fajanse) či chromanu draselného (stanovení dle Mohra). Instrumentální stanovení bodu ekvivalence využívá měření vodivosti (konduktometrii). Ta je nejnížší v bodě ekvivalence a při nadbytku odměrného roztoku se zvyšuje.

- **Redoxní titrace:** při titraci dochází k oxidačně-redukční reakci. Jejich nejznámějšími příklady jsou manganometrie (manganometrická titrace) a jodometrie (jodometrická titrace). Při manganometrii se za horka titruje vzorek v kyselém prostředí (vytvořeném nejčastěji pomocí H_2SO_4) odměrným roztokem manganistanu draselného. Stanovovaný vzorek musí mít redukční účinky, a tak způsobuje odbarvování fialových manganistanových aniontů MnO_4^- na bezbarvé manganaté Mn^{2+} . Odměrným roztokem při jodometrii je jodid draselný KI , pomocí kterého se stanovují sloučeniny s oxidačními účinky. Bod ekvivalence je indikován roztokem škrobu, který způsobí zfialování titrovaného roztoku v důsledku vzniku jodu. Jodometrii lze provádět i nepřímo, kdy se přidá nadbytek jodidu a stanovuje se vzniklý jod. Instrumentálně se při těchto titracích stanovuje bod ekvivalence redoxní (ORP) elektrodou.

- **Komplexotvorné reakce:** při titraci vzniká komplexní sloučenina. Nejznámějším příkladem je chelatometrie (chelatometrická titrace) používaná pro stanovení některých kovů - především hořčíku a vápníku. Jako odměrný roztok se používá Chelaton 3 (disodná sůl kyseliny ethylendiamin tetraoctové), který se stanovovanými kovy vytváří v bazickém prostředí komplexní cheláty. Bod ekvivalence se indikuje pomocí metalochromních indikátorů (např. murexid, eriochromčern T).

1.3 Optické metody

Nejznámější optickou metodou kvantitativní analýzy je spektroskopie. Při ní se studuje chování látky při jejím vystavení působení záření různé vlnové délky. Podle intervalu hodnot vlnové délky použitého záření se rozlišuje:

- UV spektroskopie (ultrafialové záření, 1 - 400 nm)
- VIS spektroskopie (viditelné světlo, 400 - 700 nm)
- IR spektroskopie (infračervené záření, 700 nm - 1 mm)

Pro (UV-)VIS spektroskopii se používá název **spektrofotometrie**. Při ní se stanovuje množství pohlceného záření při průchodu studovaným vzorkem.

Veličina **transmittance** T udává podíl hodnoty intenzity záření vystupujícího po průchodu studovaným vzorkem, I a intenzity záření I_0 , které do něj vstupovalo. Běžně se měří veličina **absorbance** A , která je záporným dekadickým logaritmem transmittance:

$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_0}$$

Podle **Lambert-Beerova zákona** je hodnota absorbance dána součinem koncentrace studované látky, c , molárního absorpčního koeficientu této látky při dané vlnové délce λ , ϵ_λ , a délce optického prostředí (šířce kyvety) l :

$$A = c \cdot \epsilon_\lambda \cdot l$$

Při realizaci měření hodnoty absorpance konkrétní látky při zvolené vlnové délce λ ($\epsilon_\lambda = \text{konst.}$) a v téže kyvetě ($l = \text{konst.}$) je hodnota absorpance přímo úměrná koncentraci studované látky. Označí-li se konstanta úměrnosti jako k , pak platí:

$$A = k \cdot c$$

Hodnota konstanty úměrnosti k se zjišťuje kalibračním měřením hodnot absorpance vzorků o známé koncentraci. Z hodnoty absorpance A vzorku o neznámé koncentraci c ji pak lze vypočítat.

1.4 Vyhodnocování naměřených dat

Při provádění chemických výpočtů je nezbytné mít na paměti pravidla pro počítání s platnými číslicemi. Tento počet se stanovuje jako počet cifer tvořících konkrétní číslo počínaje první nenulovou číslicí, například tedy:

12 2 platné číslice **0,012** 2 platné číslice **12,0** 3 platné číslice

Výsledkem početních operací musí být vždy číslo, které má stejný počet platných číslic jako ta vstupní hodnota (číslo) s nejnižším počtem platných číslic, například:

12,5 · **2,5** = 43,75 = **44** **0,25** · **76,5** = 19,125 = **19** **6,25** · **0,5** = 3,125 = **3**

Při analýzách se provádí obvykle opakované měření stanovovaných hodnot. Ze získaných výsledků x_i se následně určuje jejich aritmetický průměr \bar{x} , rozptyl R a směrodatná odchylka s . Pro n naměřených hodnot se uvedené veličiny vypočítají:

Aritmetický průměr: $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n}$

Rozptyl: $R = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2}{n}$

Směrodatná odchylka: $s = \sqrt{R}$

Výsledek se pak zapisuje ve tvaru: $\bar{x} \pm R$ ($s \cdot 100\%$)

2. ZÁKLADY PRÁCE V CHEMICKÉ LABORATOŘI

Při práci v chemické laboratoři je nezbytné dodržovat její **laboratorní řád**, který určuje zásady bezpečné práce, a postupovat podle striktně daných postupů. Laboratorní řád je závazným pokynem pro práci v konkrétní chemické laboratoři. Při jeho tvorbě se vychází z české státní normy (**ČSN 01 8003**). Ta určuje vybavenost chemických laboratoří, pravidla pro skladování chemikálií a popisuje zásady bezpečnosti při práci v laboratoři.

Chemické laboratoře by měly být vybaveny **chemicky odolnými** pracovními stoly, podlahou i skříněmi pro skladování chemikálií (dřevěné stoly a skříně by nemusely odolat například působení kyselin či hořících látek). Obdobně by měla být v laboratoři k dispozici chemicky odolná **výlevka**, která na rozdíl od umyvadla slouží převážně k umývání laboratorních pomůcek a vylévání některých chemikálií. Samotné umyvadlo pak má sloužit výhradně k umývání rukou po práci. Pro likvidaci toxic-
kých látek, sloučenin obsahujících vzácné prvky či organického odpadu se obvykle používají k tomu určené **kontejnery**. Výhodou pro skladování některých chemikálií a realizaci méně bezpečných experimentů je přítomnost **digestoře** v laboratoři.

V každé chemické laboratoři by měly být na viditelných a řádně označených místech situovány **uzávěry** plynu, elektřiny, vody a případně dalších médií. V dostupné vzdálenosti od chemické laboratoře musí být umístěna **lékárnička**. Laboranti by měli mít k dispozici **ochranné pomůcky** (plášť, brýle, rukavice, obličejový štít...).

2.1 Bezpečnost práce

Žáci jsou povinni:

- a) pobývat v laboratoři výhradně v přítomnosti odpovědné osoby (obvykle vyučujícího) a ve zdravotně způsobilém stavu (v laboratoři by neměli pracovat nemocní žáci, těhotné dívky apod.)
- b) postupovat podle předem předepsaných postupů práce,
- c) používat jen předepsané a čisté pomůcky a chemikálie,
- d) udržovat na svém pracovním místě a v jeho okolí pořádek a neopouštět ho,
- e) veškeré použité pomůcky po práci řádně umýt a použité chemikálie likvidovat podle pokynů odpovědné osoby,
- f) nekonzumovat v laboratoři žádné potraviny, nápoje a nekouřit,
- g) používat ochranný oděv (laboratorní plášť) a ochranné pomůcky (rukavice, brýle...)
- h) mít uschované své osobní věci mimo pracovní prostor,
- i) sundat si před prací prstýnky, řetízky a sepnout vlasy,
- j) umýt si po práci pečlivě ruce mýdlem a osušit si je,
- k) hlásit veškeré technické závady a nehody odpovědné osobě,
- l) respektovat pokyny odpovědné osoby.

První pomoc:

- při potřísnění pokožky: odstranění oděvu a oplach zasaženého místa proudem vlažné vody
- při zasažení oka: výplach proudem vlažné vody
- při požití chemikálií: konzumace chladné vody po doušcích
- při vdechnutí chemikálií: přesun na čerstvý vzduch
- při popálení pokožky: chlazení zasaženého místa vlažnou vodou, v případě popálenin 3. stupně sterilní krytí,
- při neočekávaných či komplikovaných stavech: přivolání zdravotnické záchranné služby (155, event. mezinárodní linka 112).

2.2 Chemické veličiny

Pro správnou práci v chemické laboratoři je nezbytné umět si vypočítat hmotnost výchozí látky, použít vhodně koncentrovaný roztok apod. Tento oddíl obsahuje přehled nejdůležitějších chemických veličin, jejichž znalost je důležitá pro správně provádění laboratorních úloh.

Relativní atomová hmotnost, $A_r(X)$

$$A_r(X) = \frac{m(X)}{\mathbf{m}_u}$$

$m(X)$... hmotnost atomu X

\mathbf{m}_u ... atomová hmotnostní konstanta $\mathbf{m}_u = 1,660\,540 \cdot 10^{-27}$ kg

Atomová hmotnostní konstanta \mathbf{m}_u udává $1/12$ skutečné hmotnosti atomu nuklidu uhlíku ^{12}C .

Relativní atomová hmotnost je **bezrozměrná veličina**.

Relativní molekulová hmotnost, $M_r(X)$

$$M_r(X) = \frac{m(X)}{\mathbf{m}_u}$$

$m(X)$... hmotnost molekuly X

\mathbf{m}_u ... atomová hmotnostní konstanta $\mathbf{m}_u = 1,660\,540 \cdot 10^{-27}$ kg

Hodnota relativní molekulové hmotnosti konkrétní molekuly se získá jako **součet relativních atomových hmotností všech atomů**, které danou molekulu tvoří.

Relativní molekulová hmotnost je **bezrozměrná veličina**.

Látkové množství, n

$$n = \frac{N}{N_{\mathbf{A}}}$$

N ... počet částic

$N_{\mathbf{A}}$... Avogadrova konstanta $N_{\mathbf{A}} = 6,022\ 142 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

Avogadrova konstanta udává **skutečný počet částic obsažených ve 12 g nuklidu uhlíku ^{12}C** .

Základní jednotkou látkového množství je **mol**.

Molární zlomek, $x(A)$, a molární procento, $x(A)(\%)$

$$x(A) = \frac{n(A)}{n} \quad x(A)(\text{ppm}) = \frac{n(A)}{n} \cdot 10^6 \quad x(A)(\text{ppb}) = \frac{n(A)}{n} \cdot 10^9 \quad x(A)(\%) = \frac{n(A)}{n} \cdot 100\%$$

$n(A)$... látkové množství částic látky A

n ... látkové množství všech částic

Molární zlomek $x(A)$ je bezrozměrná veličina, avšak může být vyjádřen v jednotkách **ppm** (*parts per million*), $x(A)(\text{ppm})$, či **ppb** (*parts per billion*), $x(A)(\text{ppb})$.

Základní jednotkou molárního procenta, $x(A)(\%)$, je %.

Molární zlomek $x(A)$ lze vyjádřit pomocí skutečného počtu částic:

$$x(A) = \frac{n(A)}{n} = \frac{\frac{N(A)}{N_{\mathbf{A}}}}{\frac{N}{N_{\mathbf{A}}}} = \frac{N(A)}{N_{\mathbf{A}}} \cdot \frac{N_{\mathbf{A}}}{N} = \frac{N(A)}{N}$$

Molární hmotnost, $M(X)$

$$M(X) = \frac{m(X)}{n}$$

$m(X)$... hmotnost látky X

n ... látkové množství

Základní jednotkou molární hmotnosti je $\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$. Běžněji se pracuje s jednotkou $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$.

Hodnota molární hmotnosti konkrétní látky je totožná jako hodnota její relativní atomové (molekulové) hmotnosti.

Molární objem, $V_m(X)$

$$V_m(X) = \frac{V(X)}{n}$$

$V(X)$... objem látky X

n ... látkové množství

Základní jednotkou molárního objemu je $\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$.

Molární objem plynu je závislý na teplotě a tlaku, nikoliv na konkrétním plynu.

Tuto závislost lze odvodit ze stavové rovnice ideálního plynu:

$$p \cdot V = n \cdot \mathbf{R} \cdot T \Rightarrow V_m = \frac{V}{n} = \frac{\mathbf{R} \cdot T}{p}$$

p ... tlak plynu (v Pascalech)

V ... objem plynu (v m^3)

n ... látkové množství (v molech)

\mathbf{R} ... univerzální plynová konstanta $\mathbf{R} = 8,314\,472 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$

T ... termodynamická teplota (v Kelvinech)

Molární koncentrace, $c(X)$ (molarita, látková koncentrace)

$$c(X) = \frac{n(X)}{V}$$

n ... látkové množství látky X

V ... objem roztoku

Základní jednotkou molární koncentrace je $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$. Běžněji se pracuje s jednotkou $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ (též $\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$ či jen **M**).

Faktor odměrného roztoku f

$$f = \frac{c}{c_0}$$

c ... skutečná koncentrace roztoku

c_0 ... požadovaná koncentrace roztoku

Faktor je **bezrozměrná veličina**.

Lambertův-Beerův zákon

$$A = c \cdot \varepsilon_\lambda \cdot l = -\log \frac{I}{I_0}$$

A ... absorbance

c ... molární koncentrace

ε_λ ... molární absorpční koeficient při vlnové délce λ (v $\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$)

l ... délka optického prostředí (tloušťka kyvety)

I ... intenzita výstupního záření

I_0 ... intenzita vstupního záření

Molální koncentrace, $c_m(X)$ (molalita)

$$c_m(X) = \frac{n(X)}{m}$$

$n(X)$... látkové množství látky X

m ... hmotnost rozpouštědla

Základní jednotkou molální koncentrace je $\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1}$.

Hmotnostní koncentrace, $\rho(A)$

$$\rho(A) = \frac{m(A)}{V}$$

$m(A)$... hmotnost látky A

V ... objem roztoku

Základní jednotkou hmotnostní koncentrace je $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Obvykle se pracuje s jinými jednotkami, například $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$.

Molekulová koncentrace, $C(A)$

$$C(A) = \frac{N(A)}{V}$$

$N(A)$... počet částic látky A

V ... objem roztoku

Základní jednotkou molekulové koncentrace je m^{-3} .

Hmotnostní zlomek, $w(A)$, a hmotnostní procento $w(A)(\%)$

$$w(A) = \frac{m(A)}{m} \quad w(A)(\text{ppm}) = \frac{m(A)}{m} \cdot 10^6 \quad w(A)(\text{ppb}) = \frac{m(A)}{m} \cdot 10^9 \quad w(A)(\%) = \frac{m(A)}{m} \cdot 100\%$$

$m(A)$... hmotnost složky A

m ... celková hmotnost všech složek

Hmotnostní zlomek $w(A)$ je bezrozměrná veličina, avšak může být vyjádřen v jednotkách **ppm** (*parts per million*), $w(A)(\text{ppm})$, či **ppb** (*parts per billion*), $w(A)(\text{ppb})$. Základní jednotkou hmotnostního procenta, $w(A)(\%)$, je %.

Objemový zlomek, $\varphi(A)$, a objemové procento $\varphi(A)(\%)$

$$\varphi(A) = \frac{V(A)}{V} \quad \varphi(A)(\text{ppm}) = \frac{V(A)}{V} \cdot 10^6 \quad \varphi(A)(\text{ppb}) = \frac{V(A)}{V} \cdot 10^9 \quad \varphi(A)(\%) = \frac{V(A)}{V} \cdot 100\%$$

$V(A)$... objem složky A

V ... celkový objem všech složek (před smísením)

Objemový zlomek $\varphi(A)$ je bezrozměrná veličina, avšak může být vyjádřen v jednotkách **ppm** (*parts per million*), $\varphi(A)(\text{ppm})$, či **ppb** (*parts per billion*), $\varphi(A)(\text{ppb})$. Základní jednotkou objemového procenta, $\varphi(A)(\%)$, je %.

2.3 Laboratorní pomůcky a přístroje

V chemické laboratoři se obvykle pracuje s různými pomůckami a přístroji. Následující strany obsahují přehled těch nejdůležitějších a nejčastěji používaných pomůcek a přístrojů.



1.



2.



3.



4.



5.



6.



7.



8.



9.



10.



11.



12.



13.



14.



15.



16.



17.



18.



19.



20.



21.



22.



23.



24.



25.





51.



52.



53.



54.



55.



56.



57.



58.



59.



60.

- | | | |
|-------------------------|-------------------------|--------------------------------|
| 1. zkumavka | 21. míchací tyčinka | 41. trojnožka |
| 2. odměrná zkumavka | 22. chladič | 42. síťka s keramickou vložkou |
| 3. kádinka | 23. byreta | 43. trojúhelník |
| 4. krystalizační miska | 24. dělená pipeta | 44. stojan na zkumavky |
| 5. hodinové sklo | 25. nedělená pipeta | 45. laboratorní stojan |
| 6. baňka | 26. navažovací lodička | 46. svorka |
| 7. varná baňka | 27. váženka | 47. držák |
| 8. titrační baňka | 28. skleněná vana | 48. varný kruh |
| 9. trojhrdlá baňka | 29. lihový kahan | 49. držák na zkumavky |
| 10. frakční baňka | 30. exsikátor | 50. filtrační kruh |
| 11. kuželová baňka | 31. kyveta | 51. Kopist' se lžicí |
| 12. odsávací baňka | 32. indikátorová lahev | 52. laboratorní kleště |
| 13. odměrná baňka | 33. reagenční láhev | 53. pinzeta |
| 14. promývací baňka | 34. prachovnice | 54. topné hnízdo |
| 15. odměrný válec | 35. Kippův přístroj | 55. magnetický míchačka |
| 16. filtrační nálevka | 36. automatická pipeta | 56. digitální váha |
| 17. násypka | 37. pipetovací balonek | 57. žíhací kelímek |
| 18. nuč s fritou | 38. pipetovací nástavec | 58. odpařovací miska |
| 19. dělicí nálevka | 39. stříčka | 59. třecí miska s tloučkem |
| 20. přikapávací nálevka | 40. plynový kahan | 60. Büchnerova nálevka |

2.4 Laboratorní postupy

Tento oddíl obsahuje přehled, popis a použití nejčastějších laboratorních postupů.

K **vážení** pevných látek a kapalin se používají digitální váhy. Často se používají předvážky nebo pro přesnější vážení pevných látek analytické váhy. Na navažovací desku váhy se po jejím zapnutí položí filtrační papír, který ji chrání před znečištěním navažovanou chemikálií. Poté se na ni umístí navažovací lodička (pro vážení pevných látek) či kádinka (pro vážení kapalin) a naměřená hodnota hmotnosti se anuluje (pomocí tlačítka "0", "T" či "TARE"). Po této anulaci se již může na navažovací lodičku přisypávat navažovaná chemikálie, event. do kádinky přilévat navažovaná kapalina.

ODMĚŘOVÁNÍ KAPALIN A PŘÍPRAVA ROZTOKŮ

Pro odměřování malého vzorku kapalin se používají **pipety**. Jejimi základními typy jsou automatická, nedělená a dělená pipeta.

Automatická pipeta se volí předem dle požadovaného odměřovaného objemu. Pomocí jejího horního závitu a číselníku se navolí požadovaný objem a na zúženou část pipety se nasadí pipetovací špička. Pipetování se provádí stisknutím horního závitu do 1. zarážky, ponořením pipetovací špičky do odměřované kapaliny a následným povolením stisku. Úplným stisknutím závitu se vzorek kapaliny kompletně vypustí. Nikdy se nepokládá pipeta s nasazenou špičkou, neboť by mohlo dojít k zatečení zbytků po pipetování dovnitř automatické pipety.

Na **nedělené** a **dělené pipety** se vždy nasazuje pro bezpečnou práci pipetovací balonek či pipetovací nástavec. V případě dělené pipety se provádí nasávání pouze potřebného objemu kapaliny. Objem nasáté kapaliny se odečítá vždy na stupnici umístěné v úrovni očí tak, aby se požadované hodnoty na stupnici dotýkal dolní meniskus kapaliny. Nedělené pipety obsahují rysku, která odpovídá objemu, na který byla pipeta vyrobena.

Pro více orientační odměřování objemů kapalin je možné použít například odměrnou zkumavku či odměrný válec. Stupnice na stěnách kádinek či kuželových baněk bývají velmi orientační.

Pro přípravu roztoků o zadané koncentraci se používají **odměrné baňky**. Navážka pevné látky se nejprve rozpustí v malém objemu rozpouštědla v kádince. Tento roztok se pomocí filtrační nálevky přelije do odměrné baňky. Veškeré zbytky roztoku jsou z kádinky a filtrační nálevky vypláchnuty rozpouštědlem. To se přidává následně do odměrné baňky do doby, než bude její hladina dosahovat při přímém očním pohledu svým dolním meniskem úrovně rysky.

ZAHŘÍVÁNÍ

Pro zahřívání se v chemických laboratořích využívají topná hnízda či kahany (lihový, plynový).

Topná hnízda jsou elektrickým spotřebičem, pro zahájení zahřívání je postačuje zapojit do elektrické sítě a zapnout pomocí spínače. Snadná je i manipulace s **lihovými kahany**, u kterých postačuje pouze zapálit knot. Zhasnutí kahanu se provádí pomocí skleněného kloboučku kahanu. Tyto kahany jsou však málo výhřevné.

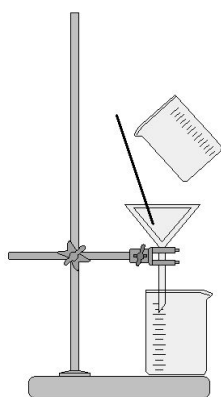
Plynové kahany se vždy zapalují při uzavřeném přívodu vzduchu. Takto zapálený kahan má neprůhledný plápolavý plamen, který není příliš výhřevný. Otevřením přívodu vzduchu do kahanu se stane plamen průhledným, více výhřevným a přestane plápolat. Ve chvílích, kdy se nutně nepracuje s plynovým kahanem, avšak bude ještě potřeba, uzavírá se přívod vzduchu, aby byl plamen kahanu lépe viditelný. Plynový kahan se vždy zhasíná po uzavření přívodu vzduchu uzavřením přívodu plynu do něj.

Látky se obvykle zahřívají ve zkumavce či kádince. Tyto nádoby by neměly obsahovat více jak polovinu zahříváné látky a v případě zkumavky by mělo její ústí

směřovat do míst, kde nikdo nestojí.

SEPARAČNÍ METODY

Pro oddělování kapalin od pevných látek nerozpuštěných v této kapalině (suspenze) se využívá **filtrace**. Běžná filtrace využívá aparaturu složenou z laboratorního stojanu, filtračního kruhu a filtrační nálevky. V ní je vložen filtrační papír a pomocí skleněné tyčinky se do ní nalévá filtrovaná směs. Kapalina protéká skrz filtrační papír do nádoby umístěné pod filtrační nálevkou.

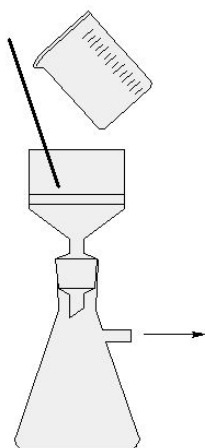


Obr. 2.1: Aparatura pro prostou filtraci

Pro rychlejší průběh filtrace je možné využít skládaný papír, nebo filtraci za sníženého tlaku. Při ní je odsávací baňka napojena na zdroj podtlaku (např. vodní vývěvu) a v její zátce je vsazena Büchnerova nálevka s filtračním papírem nebo nuč s fritou. Podtlak zapříčiní rychlejší průběh filtrace.

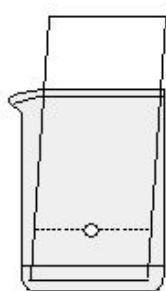
Destilace je metoda sloužící pro oddělování složek kapalné směsi, které se od sebe odlišují svými teplotami varu. Směs kapalných složek se zahřívá, přičemž dochází nejprve k varu těkavější složky. Vznikající páry se následně zkapalňují, čímž se jednotlivé složky od sebe oddělují. Pro zabránění utajovanému varu se do varné baňky přidávají varné kamínky.

Extrakce je separační metoda, která se používá pro oddělení složek směsi na základě jejich rozdílné rozpustnosti v různých rozpouštědlech.



Obr. 2.2: Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku

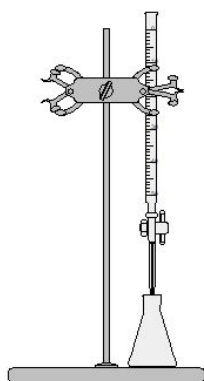
Chromatografie na tenké vrstvě využívá rozdílné schopnosti složek směsi nechat se unášet částicemi rozpouštědla. Pro její realizaci se často používají alugramové destičky, alternativně filtrační papír, jako stacionární fáze. Na tuto vrstvu se nanese analyzovaná směs a vrstva se nechá nasát zvoleným rozpouštědlem (mobilní fází). Postupně dochází k oddělování jednotlivých složek směsi, které jsou unášeny mobilní fází.



Obr. 2.3: Aparatura pro chromatografii na tenké vrstvě

TITRACE

Pro stanovování množství analyzované látky ve vzorku je možné využít **titraci**. Při ní se provádí předem popsaná reakce analyzovaného vzorku s odměrným roztokem dalšího reaktantu. Ten se do titrované směsi přidává do chvíle, než je indikovatelný bod ekvivalence. To je stav, kdy chemická reakce zcela proběhla a v titrovaném roztoku již není výchozí látka přítomna. Nástup bodu ekvivalence je možné prokázat pomocí různých indikátorů nebo měřicích přístrojů.



Obr. 2.4: Aparatura pro titraci

2.5 Varovné symboly

V rámci jednotné evropské legislativy byla přijata piktogramová označování nebezpečných vlastností chemických látek pomocí symbolů umístěných v červených čtvercích. Tyto symboly (znázorněné níže) bývají uvedeny na lahvích s chemikáliemi a s dalšími informacemi jsou i součástí příbalových letáků dodávaných k těmto látkám.



2.6 Práce s měřicími přístroji

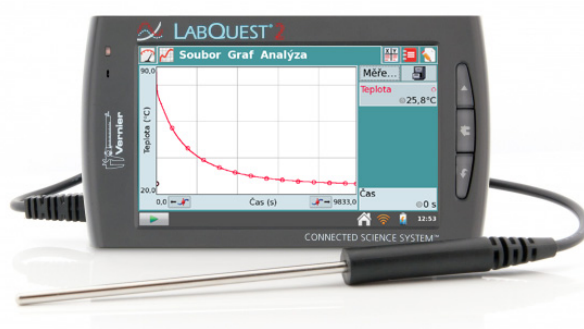
Na trhu jsou dostupné měřicí přístroje různých značek (Vernier, Pasco, NeuLog...) a vlastností. Vzhledem k rozšíření přístrojů značky Vernier jsou dále použita tato zařízení.

Měřicí přístroje Vernier využívají pro sběr dat buď přenosný datalogger (LabQuest 2), do kterého se připojují jednotlivé senzory, nebo počítač (stolní či laptop) s nainstalovaným programem Logger Lite (bezplatná verze) či Logger Pro (placená verze).

V rámci laboratorních úloh obsažených v následující kapitole se využívají následující měřicí přístroje:

- teplotní čidlo GO!Temp,
- čidlo kyselosti pH sensor,
- iontově selektivní elektroda Calcium Ion-Selective Electrode,
- vodivostní elektroda Conductivity Probe,
- senzor oxidačně-redukčních potenciálů ORP Sensor,
- spektrofotometr SpectroVis Plus.

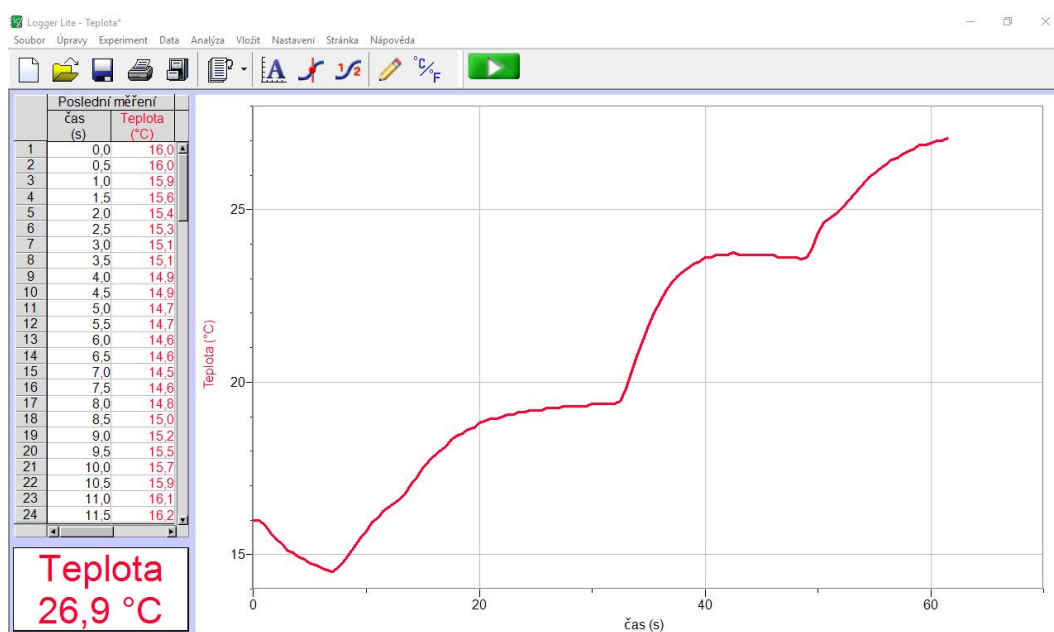
Pro připojení čidla kyselosti, iontově selektivní elektrody, vodivostní elektrody a senzoru oxidačně redukčních potenciálů k počítači se nutně používá USB rozhraní GO!Link.



Obr. 2.5: Ukázka dataloggeru LabQuest 2 se zapojeným teplotním čidlem.

2.7 Chemický software

Měřicí přístroje Vernier mohou být buď přímo pomocí vlastního USB rozhraní nebo doplňkového USB rozhraní GO!Link zapojeny k počítači. Na něm musí být pro sběr dat nainstalovaný buď bezplatným program **Logger Lite** či placený software **Logger Pro**. Tyto verze se od sebe navzájem liší především množstvím nabízených funkcí. Například software Logger Lite nepodporuje některé senzory, například čítač kapek, senzor radiace nebo mu chybí některé analytické nástroje. Pro dále popisovanou práci je postačující používání bezplatné verze programu Logger Lite.



Obr. 2.6: Ukázka programu Logger Lite při měření teploty

Před použitím pH elektrody, iontově selektivní elektrody a spektrofotometru je zapotřebí tyto přístroje zkalibrovat. To se provádí přímo v prostředí program Logger Lite. České návody pro kalibraci jednotlivých přístrojů jsou uvedeny přímo na oficiálních stránkách těchto přístrojů www.vernier.cz.

3. LABORATORNÍ ÚLOHY

Úloha č. 1: Extrakce a chromatografie rostlinných barviv

Úloha č. 2: Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru

Úloha č. 3: Stanovení obsahu alkoholu v destilátech

Úloha č. 4: Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka

Úloha č. 5: Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu

Úloha č. 6: Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce

Úloha č. 7: Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách

Úloha č. 8: Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně

Úloha č. 9: Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředku Savo

Úloha č. 10: Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku

3.1 Extrakce a chromatografie rostlinných barviv

Úkol: Izolujte plastidová barviva z listů rostlin.

Princip:

Rostlinné buňky obsahují ve svých plastidech a vakuolách různá barviva (pigmenty). Barviva přítomná v plastidech bývají rozpustná v tucích (nazývají se lipochromy) a mají fotosyntetickou či ochrannou funkci. Příkladem těchto barviv jsou zelené chlorofyly, žluté xantofyly či červené karoteny. Ve vakuolách se nachází barviva, která se často rozpouští ve vodě (hydrochromy). Ty chrání rostlinu před UV zářením a dělají rostlinu atraktivnější pro opylovače. Mezi vakuolární barviva patří flavonoidy (antokyaniny, flavonoly a flavony).

Pomocí nepochlárního rozpouštědla (acetonu) je možné izolovat z listů rostlin plastidová barviva. Před zahájením samotné extrakce je vhodné použít listy dokonale vysušit (například pomocí uhličitanu hořečnatého MgCO_3). Proměřením spektra získaného extraktu je možné získat informace o přítomných rostlinných barvivech.

Extrakt rostlinných barviv je možné použít pro izolaci jednotlivých plastidových barviv. Za tímto účelem se využívá kapalinová chromatografie, při které se jako mobilní fáze používá směs benzínu, isopropanolu a nepatrného množství vody. Výsledkem jsou stopy cca 7 různých rostlinných barviv.

Barevnost látek je založena na schopnosti jejich molekul absorbovat záření různé vlnové délky. Píky získaného spektra nám ukazují, jaké množství záření absorbují molekuly barviva při různých vlnových délkách. Daná látka se pak ve skutečnosti vyobrazuje v doplňkové barvě, než kterou nejvíce pohlcuje.



Obr. 3.1: Koláč doplňkových barev - ty jsou znázorněny středově souměrně.

Pomůcky:

kádinka (100 mL), filtrační nálevka, laboratorní stojan, filtrační kruh, filtrační papír, nůžky, třecí miska s tloučkem, zkumavka, hodinové sklo, TLC destička (alugram), automatická pipeta, pravítko, tužka, spektrofotometr SpectroVis Plus, notebook s nainstalovaným SW Logger Lite či Logger Pro, skleněná kyveta

Reagencie:

uhličitan hořečnatý MgCO_3

aceton CH_3COCH_3

isopropanol $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$

benzín

voda H_2O

rostlinný materiál (listy, špenát..)

Postup:

Do třecí misky se vloží několik nastříhaných kousků rostlinného materiálu ($\pm 5 \times 5$ mm) a přisype se k nim lžička uhličitanu hořečnatého MgCO_3 . K této směsi se přilívá za neustálého tření aceton CH_3COCH_3 do doby, než vznikne přibližně 5 mL extraktu. Ten se následně zfiltruje přes skládaný papír do zkumavky. Část filtrátu se přelije do skleněné kyvety a proměří se jeho spektrum.

Připraví se TLC destička (alugram) o takových rozměrech, aby ji bylo rozměrově možné vložit do malé kádinky (100 mL). Pomocí tužky se vyznačí na destičce startovní čára ve vzdálenosti 2 cm od její spodní hrany. Pomocí automatické pipety se nanese postupně 5 kapek (po cca 1 μ l) filtrátu do středu této čáry, přičemž mezi jednotlivými nanesenými se nechá předchozí vzorek zaschnout.

Do malé kádinky se nalije cca 10 mL mobilní fáze (směs benzínu, isopropanolu a vody v objemovém poměru 400:40:1). Následně se vloží do této kádinky TLC destička (startovní čára nesmí být ponořena!), kádinka se zakryje hodinovým sklíčkem a chromatografie se nechá volně probíhat po dobu alespoň 15 minut.

Jakmile se začne nejvzdálenější vrstva barviva na destičce nacházet cca 1 cm od horního okraje destičky, vyjme se destička z kádinky, zdokumentuje se a změří se pomocí pravítka vzdálenosti jednotlivých stop od "startovní čáry".

Naměřené hodnoty:

Nákres spektra se zákresem odhadovaných spekter jednotlivých barviv:

Nákres výsledné alugramové destičky s označením jednotlivých skvrn:

Naměřené vzdálenosti jednotlivých skvrn od startovní čáry:

Vzdálenost čela:

Retenční faktory jednotlivých skvrn:

Výpočty:

Strukturní vzorec a relativní molekulová hmotnost chlorofylu - chlorofylu A:

Strukturní vzorec a relativní molekulová hmotnost xanthofylu - luteinu:

Strukturní vzorec a relativní molekulová hmotnost karotenoidu - β -karotenu:

Souvislost mezi relativní molekulovou hmotností uvedených barviv a jejich umístěním na TLC destičce:

Závěr:

3.2 Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru

Úkol: Určete hmotnostní procento glukosy v tabletě hroznového cukru

Princip:

Sacharidy jsou přírodní látky, které lidský organismus využívá jako okamžitý zdroj energie. Základní strukturální jednotkou všech sacharidů je monosacharid (např. ribosa, fruktosa, glukosa). Spojením více monosacharidových jednotek vznikají oligosacharidy (např. disacharid sacharosa, laktosa, maltosa) až polysacharidy (např. škrob, celulóza, glykogen). Z chemického hlediska jsou sacharidy hydroxyaldosy a hydroxyketosy. To znamená, že obsahují navázanou hydroxylovou (-OH) a karbonylovou skupinu ($>C=O$). Přítomnost těchto skupin předurčuje redukční schopnosti některých sacharidů.

Redukujícím sacharidem je například glukosa. Její molekula je schopna v zásaditém prostředí (OH^-) redukovat měďnaté kationty Cu^{2+} na měďné Cu^+ . Tato reakce se projeví odbarvením modrého roztoku a vznikem oranžové sraženiny.

Přidáním stejného množství síranu měďnatého $CuSO_4$ a hydroxidu sodného $NaOH$ ke vzorkům glukosy o různých koncentracích je možné připravit vzorky, které obsahují různé množství nezreagovaného síranu měďnatého. Pomocí spektrofotometrie je možné toto množství určit a tentýž postup aplikovat i pro vzorek obsahující neznámé množství glukosy.

Pomůcky:

kuželové baňky (6x100 mL), kádinky (6x100 mL), nedělené pipety (1x10 mL, 1x25 mL), odměrná baňka (100 mL), pipetovací balonek, trojnožka, síťka s keramickou vložkou, chňapka, filtrační nálevka, filtrační kruh, laboratorní stojan, filtrační papír, digitální váha, navažovací lodička, lžička, spektrofotometr SpectroVis Plus, notebook s nainstalovaným SW Logger Lite/Logger Pro, kyveta

Reagencie:glukosa $C_6H_{12}O_6$ síran měďnatý $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ ($w(\%) = 10 \%$)hydroxid sodný $NaOH$ ($w(\%) = 10 \%$)

tableta hroznového cukru

destilovaná voda H_2O **Postup:**

Připraví se 5 kuželových baněk (100 mL) a do každé z nich se naváží glukosa o přibližně přesné požadované hmotnosti (viz tabulka níže). Navážka se rozpustí v cca 25 mL destilované vody. Pomocí nedělených pipet se do baněk dále přidají uvedené objemy 10 % roztoků síranu měďnatého $CuSO_4$ a hydroxidu sodného $NaOH$.

Číslo baňky	Navážka glukosy $C_6H_{12}O_6$ [g]	Objem roztoku síranu měďnatého $CuSO_4$ (mL)	Objem hydroxidu sodného $NaOH$ [mL]
1	1,00	25,0	10,0
2	0,75	25,0	10,0
3	0,50	25,0	10,0
4	0,25	25,0	10,0
5	-	25,0	10,0

Do třecí misky se vloží 1 tableta hroznového cukru a rozetře se. Z připraveného vzorku se odváží přibližně přesně 0,75 g a tato navážka se pomocí stříčky spláchne destilovanou vodou do kuželové baňky (100 mL) rozpustí v cca 25 mL destilované vody. Do baňky se dále pomocí nedělených pipet přidá po 25,0 mL síranu měďnatého $CuSO_4$ a 10,0 mL hydroxidu sodného $NaOH$.

Baňky s připravenými roztoky se postupně umístí na sítku s keramickou vložkou položenou na trojnožce a za příležitostného míchání se zahřívají. Tento proces se vždy ukončí po 2 minutách varu každého roztoku.

Roztoky se po zahřání nechají postupně vychladnout a následně se přefiltrují do malých kádinek (100 mL). Veškeré zbytky na filtračním papíře musí být promyty destilovanou vodou. Před každou filtrací je pak nutné vyměnit filtrační papír a očistit filtrační nálevku. Následně se tyto filtráty postupně přelívají do odměrné baňky (100 mL) a doplňují destilovanou vodou po rysku.

U roztoku číslo 1 se proměří jeho spektrum a odečte se hodnota jeho absorbance při té vlnové délce λ , kdy dosahuje nejvyšších hodnot. U dalších roztoků 2-5 se proměřením spektra odečítá jejich absorbance při vlnové délce λ určené měřením roztoku číslo 1. Ze získaných hodnot se sestrojí graf závislosti absorbance na hmotnosti rozpuštěné glukosy a zobrazí se rovnice regresní přímky této závislosti. Nakonec se při použité vlnové délce změří hodnota absorbance roztoku obsahující vzorek hroznového cukru.

Naměřené hodnoty:

Navážky glukosy [g]:

- 1. baňka: - 2. baňka: - 3. baňka: - 4. baňka: - 5. baňka:

Navážka hroznového cukru [g]:

Vlnová délka pro odečet hodnot absorbance:

Naměřené hodnoty absorbance:

- 1. baňka: - 2. baňka: - 3. baňka: - 4. baňka: - 5. baňka:

- baňka s hroznovým cukrem:

Chemické rovnice:

Reakce glukosy se síranem měďnatým a hydroxidem sodným:

Související výpočty:

Hmotnost síranu měďnatého potřebného pro reakci s 1,00 g glukosy:

Hmotnost hydroxidu sodného potřebného pro reakci s 1,00 g glukosy:

Rovnice regresní přímky závislosti absorbance na hmotnosti obsažené glukosy:

Hmotnost glukosy ve vzorku hroznového cukru [g]:

Hmotnostní procento glukosy v tabletě hroznového cukru [%]:

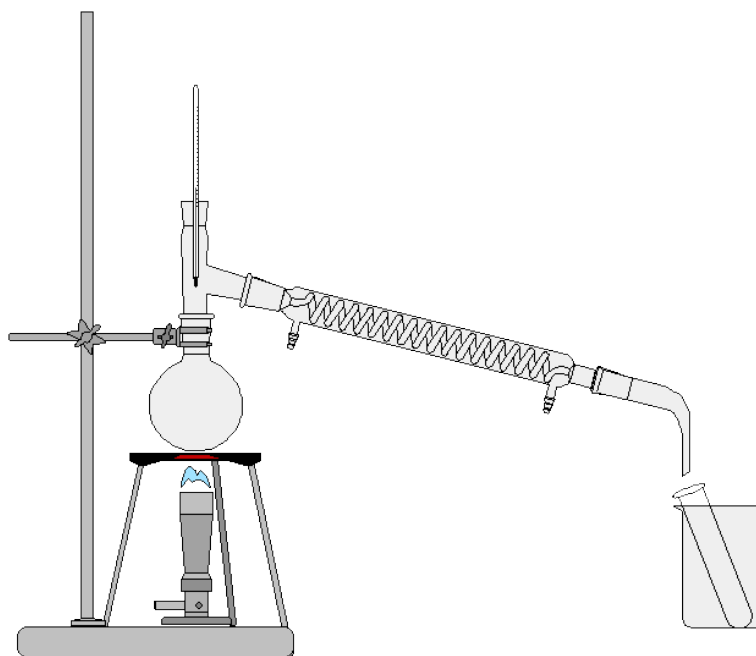
Závěr:

3.3 Stanovení obsahu alkoholu v destilátech

Úkol: Zjistěte složení produktů frakční destilace směsi ethanolu a vody

Princip:

Destilace je separační metoda, která se využívá pro oddělování složek kapalné směsi na základě jejich rozdílných teplot varu. Při destilaci se směs pozvolna zahřívá, přičemž vznikající plynná směs je bohatší na více těkavou složku. Ochlazením této plynné směsi dochází k jejímu zkapalňování. Destilace se průmyslově využívá například při zpracování ropy či výrobě plynů (dusíku, kyslíku, vzácných plynů...) ze zkapalněného vzduchu.



Obr. 3.2: Destilační aparatura

Při destilaci směsi ethanolu C_2H_5OH (t. v. $78,4\text{ }^\circ\text{C}$) a vody H_2O (t. v. $100\text{ }^\circ\text{C}$) přechází do plynné fáze nejprve směs obsahující větší podíl ethanolu (ten má nižší teplotu varu - je těkavější). Při jímání frakcí této destilace se pak u nich postupně zvyšuje obsah vodné složky nad ethanolovou.

Index lomu n je bezrozměrná veličina popisující intenzitu šíření světla v látkách. Absolutní index lomu udává poměr rychlosti šíření světla ve studovaném prostředí k rychlosti šíření světla ve vakuu c . Obecně platí, že hodnota absolutního indexu lomu se zvyšuje s rostoucím zahuštěním částic ve struktuře studované látky. Index lomu je závislý na teplotě. Pomocí hodnoty indexu lomu směsi ethanolu a vody je možné určit přibližné složení této směsi.

Pomůcky:

destilační aparatura, odměrná zkumavka, zkumavky (10 ks), stojánek na zkumavky, kádinka (100 mL), Pasteurova pipeta, varné kamínky, refraktometr, buničina, senzor teploty Go!Temp, notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

ethanol C_2H_5OH

destilovaná voda H_2O

vzorek směsi ethanolu CH_3CH_2OH a vody H_2O ($\varphi(\mathbf{EtOH})(\%) = 37,5 \%$)

Postup:

S využitím odměrné zkumavky se připraví směsi ethanolu a vody dle zadané tabulky. Připravené vzorky se postupně přelívají do samostatných zkumavek. Připravené vzorky se postupně pomocí Pasteurovy pipety přenáší na senzor refraktometru, přičemž mezi jednotlivými měřeními se tento senzor otírá buničinou a index lomu se vždy měří až u třetího nasátého vzorku (předchozí dvě nasátí se kvůli vyčištění pipety vypouští do kádinky). Současně se proměří i indexy lomu čistého ethanolu a vody.

Tab. 3.1: Složení vzorků směsi ethanolu a vody (doplňte poslední 2 sloupce)

Číslo vzorku	Objem ethanolu $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ [mL]	Objem vody H_2O [mL]	$\varphi(\text{EtOH})(\%)$	Index lomu n
1.	1	9		
2.	2	8		
3.	3	7		
4.	4	6		
5.	5	5		
6.	6	4		
7.	7	3		
8.	8	2		
9.	9	1		

Do varné baňky destilační aparatury se nalije vzorek 100 mL směsi ethanolu a vody a přidají k němu alespoň 3 varné kamínky. Do zátky se umístí senzor teploty, který prostřednictvím USB rozhraní propojí s notebookem s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro. Po otevření přívodu vody do chladiče se zahájí destilace.

Destilát se jímá po 5 mL do odměrné zkumavky, přičemž se zapisují intervaly hodnot teploty, v jakých byly jednotlivé frakce najímány. Po každém najímání 5 mL destilátu se tento výtěžek přelije do běžné zkumavky a ihned se odměrná zkumavka používá pro jímání dalších frakcí. Malou kádinku je možné použít pro případ ukápnutí destilátu v okamžiku, kdy se provádí přelití frakce z odměrné zkumavky do běžné zkumavky.

Pomocí refraktometru se proměří hodnoty indexy lomu jednotlivých frakcí. Pro přenos vzorku na senzor se používá Pasteurova pipeta a mezi jednotlivými měřeními se tento senzor vždy otře buničinou.

Naměřené hodnoty:

Index lomu ethanolu C₂H₅OH:

Index lomu destilované vody H₂O:

Hodnoty indexu lomu a intervaly teplot, ve kterých byly izolovány jednotlivé frakce:

Číslo fáze	Interval hodnot teploty při jímání fáze t [°C]	Index lomu n
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		
6.		
7.		
8.		
9.		
10.		

Výpočty:

Číslo frakce obsahující přibližně:

a) $\varphi(\text{EtOH})(\%) = 0 \%$:

b) $\varphi(\text{EtOH})(\%) = 25 \%$:

c) $\varphi(\text{EtOH})(\%) = 50 \%$:

d) $\varphi(\text{EtOH})(\%) = 75 \%$:

e) $\varphi(\text{EtOH})(\%) = 100 \%$:

Závěr:

3.4 Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka

Úkol: Stanovte kyselost mléka ve stupních Soxhlet-Henkela

Princip:

Mléko je produktem mléčných žláz samic savců. Producentem mléka jsou tedy různá zvířata (krávy, ovce, kozy, velbloudi...) i lidé. Hlavní složkou mléka je voda (přibližně 87,5 %), zbytek tvoří sušina (cca 12,5 %) složená především z mléčného tuku, bílkovin, mléčného cukru a dalších anorganických solí a organických látek.

Oxidací mléčného cukru (laktosy) vzniká kyselina mléčná, která je jednou z látek způsobujících kyselost mléka. Jak mléko stárne, vzniká čím dál více kyseliny mléčné, a tak je mléko kyselejší. To vysvětluje, proč je kyselost mléka jedním z ukazatelů jeho čerstvosti a potažmo i zdravotní nezávadnosti.

Pro zjištění kyselosti mléka se často využívá Soxhlet-Henkelova metoda, při které se vzorek 50 mL mléka titruje 0,25M roztokem hydroxidu sodného NaOH (provádí se alkalimetrická titrace - alkalimetrie). Výsledná kyselost mléka se následně vyjadřuje ve stupních Soxhlet-Henkela ($^{\circ}\text{SH}$) a její hodnota je dvojnásobkem spotřeby roztoku hydroxidu sodného NaOH vyjádřené v mililitrech. Rovnovážný stav (bod ekvivalence) je možné zjistit z grafu závislosti hodnoty pH titrované směsi na spotřebě (objemu) odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH. Tabulka níže uvádí, jaké stavy kyselosti mléka charakterizují jednotlivé stupně Soxhlet-Henkela.

Tab. 3.2: Stavy kyselosti mléka při různých hodnotách stupňů Soxhlet-Henkela

$^{\circ}\text{SH}$	Kyselost mléka	$^{\circ}\text{SH}$	Kyselost mléka
<7	čerstvé mléko	10	kysající mléko
8	mléko v inkubačním stádiu	11	silně kysající mléko
9	mírně kyselé mléko	>12	kyselé mléko

Roztok hydroxidu sodného používaný pro titraci se připravuje rozpuštěním pevných peciček této látky. Jelikož tyto pecičky při skladování na sebe velmi ochotně vážou vzdušnou vlhkost (H_2O) a oxid uhličitý CO_2 , je zapotřebí připravený roztok před použitím standardizovat, aby byla jasná jeho koncentrace.

Standardizace připraveného roztoku hydroxidu sodného se provádí tak, že se ním titruje roztok obsahující rozpuštěnou kyselinu šťavelovou $(\text{COOH})_2$ o známé hmotnosti. Titrace se provádí v přítomnosti acidobazického indikátoru methylovaného oranžového. Změna barvy z červené na oranžovou. V tomto okamžiku (v bodě ekvivalence při standardizaci) se do reakční směsi přidá 10,0 mL 20% roztoku chloridu vápenatého CaCl_2 a v titraci se pokračuje do opětovné změny barvy na oranžovou.

Pomůcky:

titrační baňky (3x250 mL), byreta (25 mL), svorka, držák, laboratorní stojan, lžíce, digitální váha, navažovací lodička, filtrační papír, stříčka s destilovanou vodou, odměrná baňka (100 mL), kádinky (2x100 mL), filtrační nálevka, skleněná tyčinka, nedělená pipeta (50 mL), odměrný válec (10 mL), pipetovací nástavec, magnetické míchadlo, magnetická míchačka, pH elektroda (PH Sensor), USB rozhraní (GO! Link), notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

hydroxid sodný NaOH

kyselina šťavelová, dihydrát $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

chlorid vápenatý CaCl_2 ($w(\%) = 20 \%$)

methylovaný oranž

vzorek mléka

destilovaná voda H_2O

Postup:

Na digitální váze se naváží přibližně 1 g hydroxidu sodného NaOH. Navážka se pomocí stříčky s destilovanou vodou spláchne z navažovací lodičky do malé kádinky (100 mL) a rozpustí v cca 25 mL destilované vody. Připravený roztok se skrz filtrační nálevku přelije do odměrné baňky o objemu 100 mL a její objem doplní destilovanou vodou po rysku.

Na digitální váze se postupně připraví 3 navážky dihydrátu kyseliny šťavelové o přibližně přesné hmotnosti 0,25 g. Připravené navážky se postupně pomocí stříčky s destilovanou vodou spláchnou do titračních baněk a doplní destilovanou vodou na přibližný objem 50 mL. Do každé titrační baňky se přidá 5 kapek methyloranže.

Pomocí svorky a držáku se k laboratornímu stojanu připevní byreta, která se naplní roztokem hydroxidu sodného NaOH. Tímto roztokem se titruje připravený roztok kyseliny šťavelové do změny barvy reakční směsi z červené na oranžovou. Poté se k němu přilije cca 10 mL 20% roztoku chloridu vápenatého CaCl_2 a v titraci se pokračuje do opětovné změny barvy titrační směsi na oranžovou. Ze stupnice byrety se odečte spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH a celý tento postup se opakuje i pro další 2 připravené roztoky kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2$.

Nedělenou pipetou se do kádinky (100 mL) napipetuje 50 mL vzorku mléka. pH elektroda se po kalibraci připevní k laboratornímu stojanu tak, aby byla ponořena do vzorku mléka, avšak byla nad úrovní míchadélka. Poté se pH elektroda zapojí pomocí USB rozhraní k notebooku. Kádinka se vzorkem mléka se umístí na magnetickou míchačku a začne se titrovat roztokem hydroxidu sodného NaOH.

Titrace se provádí za neustálého míchání titrované směsi a zaznamenávají se naměřené hodnoty pH po přidání každých cca 0,2 mL odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH. Titrace se ukončí po naměření 5. hodnoty po výraznějším nárůstu hodnoty pH titrované směsi.

Naměřené hodnoty:

Navážka hydroxidu sodného NaOH [g]:

Navážka dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2$ [g]:

1. navážka

2. navážka

3. navážka

Spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH při titraci roztoku připraveného z navážky dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [mL]:

1. spotřeba

2. spotřeba

3. spotřeba

Spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH při titraci mléka v bodě ekvivalence [mL]:

Chemické rovnice:

Reakce hydroxidu sodného s kyselinou šťavelovou:

Reakce kyseliny šťavelové s chloridem vápenatým:

Reakce hydroxidu sodného s produktem předchozí reakce:

Reakce kyseliny mléčné s hydroxidem sodným:

Související výpočty:

Koncentrace odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH zjištěná [mol/l]:

1. standardizace

2. standardizace

3. standardizace

Průměrná hodnota koncentrace odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH [mol/l]:

Faktor připraveného odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH:

Kyselost mléka [$^{\circ}\text{SH}$]:

Stav mléka (dle Tabulky 2.1):

Závěr:

Zpětnou titrací je možné stanovit nadbytečný hydroxid sodný, a tak vypočítat obsah glyfosátu v testovaném vzorku. Za tímto účelem je třeba vědět, kolik protonů se odštěpilo přidáním hydroxidu sodného. Proto se zpětná titrace provádí ekvimolárním množstvím kyseliny chlorovodíkové (k hydroxidu sodnému) a hledaný počet protonů se zjistí jako počet bodů ekvivalence na titrační křivce. Pro standardizaci odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové se používá dekahydrát tetraboritanu sodného.

Pomůcky:

kádinka (250 mL), byreta (25 mL), nedělená pipeta (1 mL), titrační baňka (250 mL), odměrná baňka (100 mL), odměrný válec (10 mL), svorka, držák, laboratorní stojan, magnetická míchačka, míchadlo, digitální váha, filtrační papír, lžíce, pH elektroda (PH Sensor), USB rozhraní (GO! Link), notebook s nainstalovatelným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

kyselina chlorovodíková HCl ($c = 0,50 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)

hydroxid sodný NaOH

tetraboritan sodný dekahydrát $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$

přípravek Dominator (obsahuje glyfosát)

methylerveň

destilovaná voda H_2O

Postup:

Na digitální váze se naváží přibližně přesně 1,90 g dekahydrátu tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ a tato navážka se destilovanou vodou kvantitativně převede do titrační baňky (250 mL) a její obsah se doplní na přibližný objem 50 mL. Do připraveného roztoku se přidá 5 kapek methylerveni. Pomocí svorky a držáku se upevní byreta k laboratornímu stojanu a naplní se 0,50M roztokem kyseliny chlorovodíkové HCl. Obsah titrační baňky se titruje odměrným roztokem kyseliny chlorovodíkové do změny barvy na červenou.

Pomocí nedělené pipety se do kádinky napipetuje 1 mL přípravku Dominator a přidá se k němu přibližně 50 mL destilované vody. Kádinka se umístí na magnetickou míchačku, vloží se do ní míchadlo a zkalibrovaná pH elektroda. Zaznamená se hodnota pH tohoto roztoku.

Na digitální váze se odváží přibližně 0,4 g hydroxidu sodného NaOH a tato navážka se přidá do kádinky s roztokem přípravku Dominator. Za neustálého míchání se nechá hydroxid sodný kompletně rozpustit.

Připravený roztok se titruje pomocí odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové, přičemž se zaznamenává hodnota pH při spotřebě každých 0,2 mL odměrného roztoku. Titrace se ukončí ve chvíli, kdy bude pH roztoku v kádince mít stejnou hodnotu, jako před přidáním hydroxidu sodného.

Naměřené hodnoty:

Navážka dekahydrátu tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ [g]:

Spotřeba odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl při titraci dekahydrátu tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ [mL]:

Hodnota pH roztoku glyfosátu před přidáním hydroxidu sodného:

Navážka hydroxidu sodného NaOH [g]:

Spotřeba odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl při titraci roztoku glyfosátu a hydroxidu sodného NaOH do 1. bodu ekvivalence [mL]:

Počet bodů ekvivalence:

Chemické rovnice:

Reakce tetraboritanu sodného s kyselinou chlorovodíkovou:

Výpočty:

Molární koncentrace odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl [mol·L⁻¹]:

Faktor odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl:

Hmotnost glyfosátu v titrovaném roztoku [mg]:

Hmotnostní koncentrace glyfosátu v prostředku Dominator [g·L⁻¹]:

Závěr:

3.6 Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce

Úkol: Stanovte hmotnostní koncentraci vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce

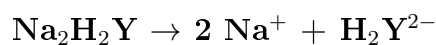
Princip:

Vápník je významným biogenním prvkem, který je součástí kostí a zubů. Tento prvek je důležitý pro správnou činnost svalů, vedení nervových vzruchů, regulaci srdečního rytmu či srážení krve. Proto je žádoucí jeho přítomnost v přijímané potravě. Ve větším množství však může způsobovat až vznik ledvinových kamenů.

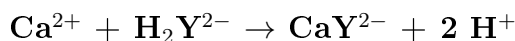
Jedním z významných ukazatelů kvality vody je její tvrdost. Tvrdá voda může způsobovat vznik vodního kamene a není příliš vhodná ke konzumaci. Významnými činiteli tvrdosti vody jsou sloučeniny hořečnaté a vápenaté.

Společné stanovení hořčíku a vápníku ve studovaném vzorku lze provést pomocí chelatometrické titrace (chelatometrie). Ta je příkladem komplexotvorné reakce, při které vzniká komplexní sloučenina (obecně "komplex"), jejíž přítomnost lze indikovat pomocí různých indikátorů.

Odměrným roztokem při chelatometrii je Chelaton III ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$), který je z chemického hlediska disodnou solí kyseliny ethylendiamintetraoctové (H_4Y , EDTA). Ve vodném roztoku probíhá disociace Chelatonu III za vzniku kationtů sodných Na^+ a aniontů ethylendiamintetraoctových H_2Y^{2-} podle rovnice:



Anionty ethylendiamintetraoctové H_2Y^{2-} reagují s kationty různých kovů (hořčíku, vápníku, zinku, olova,...) za vzniku komplexních sloučenin zvaných cheláty. Tato reakce probíhá v molárním poměru 1:1 a uvolňují se při ní protony H^+ , například:



Uvolňující se protony H^+ by způsobovaly rozklad vznikajícího chelátu, a proto se musí zajistit zásadité pH titrované směsi pomocí pufru. Vznik chelátu se prokazuje pomocí metalochromních indikátorů (murexid, eriochromčern T,...). Tyto indikátory se totiž chovají jako ligandy a vytváří s kationty zjišťovaných prvků barevné komplexy. Komplexy metalochromních indikátorů s uvedenými kovy jsou méně stálé, než cheláty těchto kovů, a tak v přidavku Chelatonu III vytváří stanovované kationty primárně komplexy právě s Chelatonem III. To se projeví změnou barvy indikátoru.

Stanovení obsahu kationtů hořečnatých Mg^{2+} a vápenatých Ca^{2+} se provádí pomocí chelatometrické titrace v prostředí Schwarzenbachova pufru ($pH = 10$) na indikátor eriochromčern T, který v bodě ekvivalence změní barvu z červené na modrou.

Selektivní stanovení vápníku je možné provést po zalkalizování titrovaného roztoku hydroxidem sodným na indikátor murexid. Ten se v bodě ekvivalence zbarví z oranžovočervené na červenofialovou. Jinou možností zjištění koncentrace vápenatých kationtů je využití iontově selektivní elektrody. Ta se musí vždy před zahájením měření zkalibrovat pomocí roztoků vápenatých solí o známých koncentracích. Následně ji je možné použít pro přímé zjištění hmotnostní koncentrace vápenatých kationtů ve studovaném vzorku.

Pomůcky:

titrační baňky (2x250 mL), kádinky (2x100 mL), odměrná baňka (100 mL), nedělná pipeta (50 mL), pipetovací balonek, byreta (25 mL), laboratorní stojan, svorka, držák, magnetická míchačka, magnetické míchadlo, filtrační nálevka, lžíce, digitální váha, filtrační papír, navažovací lodička, iontově selektivní elektroda (Calcium Ion-Selective Electrode), USB rozhraní Go!Link, notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

Chelaton III

Schwarzenbachův pufr ($\text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$, $\text{pH} = 10$)

Eriochromčern *T*

vzorek mléka a minerální vody Magnesia

destilovaná voda H_2O

Postup:

Na digitální váze se naváží cca přesně 3,80 g Chelatonu III a tato navážka se rozpustí v malé kádince (100 mL) v přibližném objemu 50 mL destilované vody. Připravený roztok se kvantitativně přelije do odměrné baňky (100 mL) a její obsah se doplní destilovanou vodou po rysku. Následně se tímto roztokem naplní byreta.

Pomocí nedělené pipety se do 2 titračních baněk napipetuje po 50 mL vzorku mléka a minerální vody Magnesia. Pomocí iontově selektivní elektrody se po její kalibraci změří hmotnostní koncentrace vápenatých iontů ve vzorku mléka a minerální vody Magnesia, přičemž se mezi jednotlivými měřeními opláchně sonda elektrody destilovanou vodou a osuší buničinou. Do každé baňky se následně přilije cca 5 mL Schwarzenbachova pufru a přidá eriochromčern T. Roztoky se zabarví vínově červeně.

Titrace se provádí za neustálého míchání titrované směsi a do změny barvy z vínově červené na modrou.

Naměřené hodnoty:

Navážka Chelatonu III [g]:

Hmotnostní koncentrace vápenatých iontů ve vzorku mléka [$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$]:

Hmotnostní koncentrace vápenatých iontů ve vzorku minerální vody Magnesia [$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$]:

Spotřeba odměrného roztoku Chelatonu III při titraci mléka [mL]:

Spotřeba odměrného roztoku Chelatonu III při titraci minerální vody [mL]:

Výpočty:

Molární koncentrace odměrného roztoku Chelatonu III [$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]:

Látkové množství vápníku a hořčíku v mléce:

Látkové množství vápníku a hořčíku v minerální vodě:

Hmotnostní koncentrace vápníku [$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$]:

a) v mléce:

b) v minerální vodě:

Hmotnostní koncentrace hořčíku [$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$]:

a) v mléce:

b) v minerální vodě:

Závěr:

3.7 Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách

Úkol: Určete hmotnostní procento soli v brambůrkách

Princip:

Jednotlivé chemické sloučeniny se od sebe odlišují mimo jiné svojí rozpustností ve vodě. Zatímco některé se v ní rozpouští velmi dobře (například cukr $C_{12}H_{22}O_{11}$), některé téměř vůbec (například vápenec $CaCO_3$). Ve vodě omezeně rozpustné sloučeniny mohou vznikat při některých chemických reakcích, ve kterých jsou výchozími látkami sloučeniny dobře rozpustné ve vodě. Tyto reakce se nazývají jako srážecí, neboť omezeně rozpustná sloučenina při nich vzniká ve formě sraženiny. Této skutečnosti je možné využít v analytické chemii.

Chlorid sodný $NaCl$ (kuchyňská sůl) je ve vodě velmi dobře rozpustný, obdobně jako dusičnan stříbrný $AgNO_3$. Reakcí těchto dvou sloučenin vzniká ve formě sraženiny chlorid stříbrný $AgCl$, který je ve vodě velmi málo rozpustný. Vedlejším produktem reakce je ve vodě dobře rozpustný dusičnan sodný $NaNO_3$. Tabulka níže uvádí rozpustnost těchto chemických látek ve 100 mL destilované vody při teplotě 20 °C.

Tab. 3.3: Rozpustnost chloridu sodného, dusičnanu stříbrného a chloridu stříbrného ve 100 mL destilované vody při teplotě 20 °C

Chemická sloučenina	Rozpustnost zadané sloučeniny ve 100 mL destilované vody při teplotě 20 °C
Chlorid sodný $NaCl$	35,86 g
Dusičnan stříbrný $AgNO_3$	210,01 g
Chlorid stříbrný $AgCl$	0,0016 g
Dusičnan sodný $NaNO_3$	87,22 g

Z tabulky na předchozí straně je patrné, že z uvedených sloučenin má nejnižší rozpustnost ve vodě chlorid stříbrný AgCl . Ten tedy zcela určitě při reakci chloridu sodného NaCl a dusičnanu stříbrného AgNO_3 vzniká ve formě sraženiny.

Pro zjištění bodu ekvivalence při srážecí titraci je možné využít vodivostní elektrodu, která měří konduktivitu (měrnou elektrickou vodivost) roztoků. Vodivost roztoků je umožněna volnými ionty rozpuštěné sloučeniny. V případě roztoku chloridu sodného NaCl se jedná o volně pohyblivé kationty sodné Na^+ a chloridové anionty Cl^- . V přidavku dusičnanu stříbrného AgNO_3 se začnou původně volné chloridové anionty Cl^- srážet s přidávanými stříbrnými kationty Ag^+ za vzniku chloridu stříbrného AgCl . To se projeví snížením konduktivity titrovaného roztoku. Jakmile jsou všechny původně přítomné chloridové anionty Cl^- vysráženy, začnou být v titrovaném roztoku v nadbytku kationty stříbrné Ag^+ a dusičnanové anionty NO_3^- , což se projeví zvyšováním vodivosti roztoku. Bod ekvivalence nastává tedy při takové spotřebě odměrného roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3 , kdy dosahuje konduktivita titrovaného roztoku nejnižší hodnoty.

Pomůcky:

byreta (25 mL), odměrná baňka (25 mL), kádinky (150 mL), filtrační nálevka, třecí miska s tloučkem, laboratorní stojan, filtrační kruh, držák (2 ks), svorka (2 ks), trojnožka, síťka s keramickou vložkou, digitální váha, navažovací lodička, magnetická míchačka s míchadlem, elektroda pro měření vodivosti (Conductivity Probe), USB rozhraní (GO!Link), notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro, filtrační papír, plynový kahan, zápalky

Reagencie:

dusičnan stříbrný AgNO_3

brambůrky Bohemia Chips

destilovaná voda H_2O

Postup:

Na digitální váze se naváží přibližně přesně 5,00 g bramborových lupínků a ty se následně přemístí do třecí misky. Pomocí tloučku se roztřou a připravená drť se kvantitativně převede do kádinky o objemu 150 mL. Obsah kádinky se doplní do třetiny objemu destilovanou vodou.

Kádinka s drtí se umístí na sítku s keramickou vložkou položenou na trojnožce, zapálí se plynový kahan a obsah kádinky se zahřeje. Po 1 minutě varu se zahřívání ukončí a obsah kádinky se ponechá vychladnout. Následně se do kádinky vloží magnetické míchadlo a kádinka se umístí na magnetickou míchačku.

Na digitální váze se odváží přibližně přesně 0,50 g dusičnanu stříbrného AgNO_3 a tato navážka se spláchne do odměrné baňky o objemu 25 mL. Obsah baňky se doplní destilovanou vodou po rysku.

K laboratornímu stojanu se pomocí svorky a držáku přípevní byreta a ta se naplní připraveným roztokem dusičnanu stříbrného AgNO_3 . Pomocí další svorky a držáku se k laboratornímu stojanu přípevní elektroda pro měření vodivosti (Conductivity Probe) a její čidlo se ponoří do roztoku v kádince. Pomocí USB rozhraní se elektroda spojí s notebookem a v něm se spustí program Logger Lite (Logger Pro).

Titrace se provádí za neustálého míchání titrační směsi a naměřené hodnoty vodivosti roztoku se zaznamenávají po spotřebě každých cca 0,2 mL roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3 . Titrace se ukončí ve chvíli, kdy je proveden 4. záznam zvyšující se hodnoty vodivosti roztoku. Získané hodnoty se proloží 2 regresními přímkami (zvláště v klesající a v rostoucí části grafu) a z průsečíku těchto přímek se určí potřebné údaje (tj. minimální vodivost titrovaného roztoku a spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3 v bodě ekvivalence).

Naměřené hodnoty:

Hmotnost vzorku brambůrek [g]:

Navážka dusičnanu stříbrného AgNO_3 [g]:

Minimální vodivost titrovaného roztoku [$\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$]:

Spotřeba odměrného roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3 v bodě ekvivalence [mL]:

Chemické rovnice:

Reakce dusičnanu stříbrného a chloridu sodného:

Výpočty:

Molární hmotnost dusičnanu stříbrného AgNO_3 [$\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$]:

Molární koncentrace odměrného roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3 [$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]:

Hmotnost chloridu sodného NaCl ve vzorku brambůrek [g]:

Hmotnostní procento soli ve vzorku brambůrek [%]:

Závěr:

3.8 Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně

Úkol: Určete hmotnostní koncentraci siřičitanů ve víně

Princip:

Na etiketách lahví s vínem bývá udávána hodnota obsažených siřičitanů. Povinnost udávat obsah oxidu siřičitého a siřičitanů v koncentracích vyšších než $10 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ nebo $10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (v přepočtu na čistý oxid siřičitý) vyplývá z Nařízení Evropského parlamentu a Rady EU č. 1169/2011, neboť se jedná o alergeny.

Oxid siřičitý a siřičitany se do vína dostávají při jeho výrobě. Víno se uchovává v sudech, které se předtím vysířily. To se provádí například pomocí zapáleného sirného knotu v sudu. Při hoření síry vzniká oxid siřičitý, který vytváří ve víně zmiňované siřičitany. Oxid siřičitý se přidává do vína pro své antibakteriální (snižuje počet přítomných bakterií) a antioxidační (udržuje víno ve své původní kvalitě delší dobu) účinky.

Siřičitany se vyskytují ve víně jako volné (SO_2 , SO_3^{2-} , HSO_3^- , H_2SO_3) a vázané (na aldehydy, ketony či deriváty fenolu). V České republice je povoleno při zpracování potravin používat následující přídatné látky odvozené od oxidu siřičitého:

- Oxid siřičitý SO_2 (E 220)
- Siřičitan sodný Na_2SO_3 (E 221)
- Hydrogensiřičitan sodný NaHSO_3 (E 222)
- Disiřičitan sodný $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (E 223)
- Disiřičitan draselný $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ (E 224)
- Siřičitan vápenatý CaSO_3 (E 226)
- Hydrogensiřičitan vápenatý $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ (E 227)
- Hydrogensiřičitan draselný KHSO_3 (E 228)

Pro současné stanovení volných a vázaných siřičitanů ve víně je možné využít jodometrickou titraci (jodometrii). Vázané siřičitany se z vína uvolní pomocí alkalické hydrolyzy. Odměrným roztokem používaným při jodometrii je elementární jod. Ten je v přítomnosti siřičitanů redukován na jodid a siřičitany oxidovány na sírany.

Indikaci bodu ekvivalence je možné provést pomocí oxidačně-redukční (redoxní, redox) elektrody, která měří oxidačně-redukční (redoxní, redox) potenciál E .

Pomůcky:

byreta (25 mL), odměrná baňka (100 mL), kuželová baňka (2 ks, 250 mL), kádinky (2x 100 mL, 2x 250 mL), odměrný válec (25 mL), nedělená pipeta, pipetovací nástavec, digitální váha, filtrační papír, navažovací lodička, lžička, oxidačně-redukční elektroda (ORP Sensor), USB rozhraní Go!Link, notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro.

Reagencie:

hydroxid sodný NaOH

kyselina sírová H₂SO₄ ($w(\%) = 25 \%$)

jod I₂

jodid draselný KI

vzorek vína

destilovaná voda H₂O

Postup:

Na digitální váze se naváží cca 2 g hydroxidu sodného NaOH. Připravená navážka se spláchne pomocí stříčky s destilovanou vodou do kádinky (100 mL) a doplní na přibližný objem 50 mL. Tento roztok se rozlije přibližně ve stejném poměru do dvou kuželových baněk (250 mL).

Do připravených baněk se pomocí nedělené pipety přidá po 50 mL vzorku vína tak, že při vypouštění vzorku vína z pipety je její ústí ponořené v roztoku hydroxidu sodného NaOH obsaženého v baňce. Obě baňky se uzavřou zátkou a krouživými pohyby se jejich obsahy promísí. V obou baňkách se nechá probíhat alkalická hydrolyza po dobu alespoň 15 minut.

Na digitální váze se odváží cca 0,50 g jodidu draselného KI a tato navážka se rozpustí v kádince (100 mL) v přibližně 50 mL destilované vody H₂O. Připravený roztok se přelije do odměrné baňky (100 mL). Následně se odváží cca přesně 0,20 g elementárního jodu I₂, který se z navažovací lodičky spláchne destilovanou vodou do odměrné baňky s roztokem jodidu draselného KI. Ta se doplní destilovanou vodou po rysku. K laboratornímu stojanu se pomocí svorky a držáku připevní byreta a ta se naplní připraveným roztokem jodu I₂.

Po proběhnutí alkalické hydrolyzy v roztocích vzorků vína se do nich postupně přidá po cca 15 mL 25% kyseliny sírové H₂SO₄. Obsahy obou baněk se následně přelijí do kádinek (250 mL) a postupně se do každé umístí míchadlo a postaví se na magnetickou míchačku.

Pomocí svorky a držáku se k laboratornímu stojanu připevní redox elektroda (ORP Sensor) a její čidlo se ponoří do roztoku v kádince. Pomocí USB rozhraní se elektroda spojí s notebookem a v něm se spustí program Logger Lite či Logger Pro.

Titrace se provádí za neustálého míchání titrační směsi a naměřené hodnoty oxidačně-redukčního potenciálu roztoku se zaznamenávají po spotřebě každých cca 0,5 mL roztoku jodu I₂. Titrace se ukončí ve chvíli, kdy je proveden 4. záznam po výrazném nárůstu měřené hodnoty. Z grafu se odečte spotřeba odměrného roztoku jodu I₂ v bodě ekvivalence. Tentýž postup se opakuje i pro vzorek ve druhé kádince, přičemž v oblasti od cca 2 mL před bodem ekvivalence se provádí přídavek jen 0,2 mL.

Naměřené hodnoty:

Navážka jodu I₂ [g]:

Spotřeba odměrného roztoku jodu I₂ v bodě ekvivalence při 2. titraci [mL]:

Chemické rovnice:

Reakce siřičitanů s jodem v kyselém prostředí:

Související výpočty:

Molární koncentrace odměrného roztoku jodu I₂ [mol·L⁻¹]:

Hmotnostní koncentrace siřičitanů ve víně [mg·L⁻¹]:

Závěr:

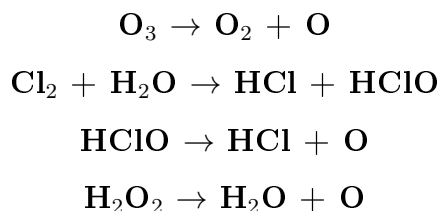
3.9 Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředí Savo

Úkol: Stanovte hmotnostní procento chlornanů v úklidovém prostředí Savo

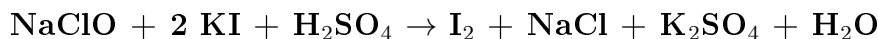
Princip:

Úklidové prostředky Savo Original obsahují jako hlavní účinnou složku chlornan sodný NaClO. Ten se rozkládá za vzniku roztoku chloridu sodného NaCl (kuchyňské soli) a atomárního kyslíku O, který má ve skutečnosti dezinfekční účinky.

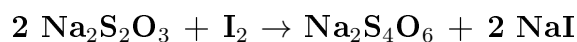
Obdobou této reakce je čištění vody ozonem O₃ či plynným chlorem Cl₂. Ozon se rozkládá za vzniku dvouatomového kyslíku O₂ a atomárního kyslíku O. Obdobně reaguje chlor s vodou za vzniku kyseliny chlorovodíkové HCl a kyseliny chlorné HClO. Kyselina chlorná HClO je nestabilní a rozkládá se za vzniku kyseliny chlorovodíkové HCl a atomárního kyslíku O. Podobně vzniká atomární kyslík O při rozkladu peroxidu vodíku H₂O₂, který se používá jako dezinfekční činidlo. Vedlejším produktem tohoto rozkladu je čistá voda H₂O. Jak již bylo uvedeno, právě vznikající atomární kyslík má požadované dezinfekční účinky. Uvedené děje vyjadřují následující chemické rovnice:



Množství chlornanu ve vzorku úklidového dezinfekčního prostředí Savo Original je možné stanovit pomocí nepřímé jodometrické titrace. Chlornany ClO⁻ oxidují jodid I⁻ na jod I₂:



Proto je možné ke vzorku přidat nadbytek jodidu a následně stanovit až vzniklý jod. To se provádí titrací připraveného roztoku disiřičitanem sodným $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, přičemž vzniká tetrathionan sodný $\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$:



Pomůcky:

kádinka (1x100mL, 1x250 mL), byreta (25 mL), odměrná baňka (50 mL), filtrační nálevka, odměrný válec (25 mL), stříčka s destilovanou vodou, navažovací lodička, laboratorní stojan, svorky (2x), držáky (2x), dělená pipeta (5 mL), nedělená pipeta (10 mL), pipetovací nástavec, digitální váha, filtrační papír, redox elektroda (ORP Sensor), USB rozhraní GO!Link, notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

jodid draselný KI

thiosíran sodný pentahydrát $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$

kyselina sírová H_2SO_4 ($w(\%) = 20 \%$)

úklidový dezinfekční prostředek Savo Original

destilovaná voda H_2O

Postup:

Do kádinky (250 mL) se napipetuje pomocí dělené pipety 2,50 mL vzorku úklidového dezinfekčního prostředku Savo Original. Následně se do ní přilije cca 50 mL destilované vody.

Na digitální váze se naváží přibližně 1,50 g jodidu draselného KI. Tato navážka se rozpustí v cca 25 mL destilované vody v kádince (100 mL). Následně se připravený roztok přelije skrz filtrační nálevku do odměrné baňky (50 mL) a její obsah se doplní destilovanou vodou po rysku.

Do kádinky se vzorkem prostředku Savo Original se postupně přidá cca 20 mL 20% kyseliny sírové H_2SO_4 a následně se do ní pomocí nedělené pipety vpraví 25 mL připraveného roztoku jodidu draselného KI. Obsah kádinky se krouživými pohyby promísí.

Na digitální váze se naváží přibližně přesně 2,50 g pentahydrátu thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ a tato navážka se rozpustí v cca 25 mL destilované vody v kádince (100 mL). Připravený roztok se přelije do odměrné baňky (50 mL) a její objem se doplní destilovanou vodou po rysku.

Pomocí svorky a držáku se k laboratornímu stojanu připevní byreta (25 mL) a její obsah se naplní připraveným roztokem thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Do kádinky obsahující vzorek úklidového prostředku, jodid draselný KI a kyselinu sírovou H_2SO_4 se vloží magnetické míchadlo a tato kádinka se umístí na magnetickou míchačku. Pomocí další svorky a držáku se k laboratornímu stojanu připevní redox elektroda (ORP elektroda) a s využitím USB rozhraní se zapojí do notebooku s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro.

Za neustálého míchání se provádí titrace vzorku v kádince odměrným roztokem thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Hodnoty rovnovážného napětí E se zaznamenávají po každé spotřebě cca 0,2 mL odměrného roztoku. Titrace se ukončí po provedení 4. přidání odměrného roztoku následující po výrazném nárůstu hodnoty rovnovážného napětí E .

Naměřené hodnoty:

Navážka jodidu draselného KI:

Navážka pentahydrátu thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ [g]:

Spotřeba odměrného roztoku thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ v bodě ekvivalence [mL]:

Rovnovážné napětí v bodě ekvivalence [V]:

Výpočty:

Molární koncentrace jodidu draselného KI [$\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$]:

Molární koncentrace thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [$\text{mol}\cdot\text{l}^{-1}$]:

Látkové množství vzniklého jodu při titraci [mol]:

Hmotnost chlornanu ve vzorku úklidového prostředku SAVO [g]:

Hmotnost vzorku úklidového prostředku SAVO Original ($\rho = 1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) [g]:

Hmotnostní procento chlornanů v úklidovém prostředku SAVO Original [%]:

Závěr:

3.10 Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku

Úkol: Stanovte hmotnostní procento alkoholů v dezinfekčním prostředku Sterilium

Princip:

Dezinfekční přípravky bývají koncipovány na různých principech. Zatímco peroxid vodíku využívá účinky atomárního kyslíku, který vzniká jeho rozkladem, přípravek Betadine obsahuje jako účinnou látku jodovaný povidon (komplex jodu a polyvinylpyrrolidonu) a přípravek Cutasept F alkoholový roztok kvarterní amoniové soli.

Přípravek určený k dezinfekci rukou BODE Sterillium využívá jako účinné látky směs propan-1-olu $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ a propan-2-olu $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$. Mezi pomocnými látkami se vyskytuje mimo jiné také glycerol či tetradecan-1-ol. BODE Sterillium tedy využívá schopnosti alkoholů hubit různé druhy bakterií.

Primární alkoholy (mezi které patří propan-1-ol) a sekundární alkoholy (mezi které patří propan-2-ol) se působením silných oxidačních činidel oxidují za vzniku karbonylových sloučenin. Produktem oxidace primárních alkoholů jsou aldehydy, oxidací sekundárních alkoholů vznikají ketony. Další oxidací karbonylových sloučenin vznikají karboxylové kyseliny, které se v konečné fázi dekarboxylují za vzniku oxidu uhličitého a vody. Tyto oxidace lze realizovat v kyselém prostředí například pomocí manganistanu draselného KMnO_4 .

Manganistan draselný KMnO_4 je silné oxidační činidlo. Ve vodném roztoku má fialové zabarvení. Působením redukčních činidel se v neutrálním prostředí redukuje na tmavě hnědý burel (oxid manganičitý MnO_2), v zásaditém na zelený manganan MnO_4^{2-} a v kyselém na bezbarvé manganaté soli Mn^{2+} .

Při manganometrické titraci se v kyselém prostředí stanovují látky, které mají redukční účinky. Příkladem těchto sloučenin jsou alkoholy přítomné v dezinfekčním přípravku BODE Sterillium, které se postupně oxidují za vzniku karboxylových sloučenin, karboxylových kyselin a nakonec oxidu uhličitého a vody. Tyto oxidace probíhají při laboratorní teplotě méně ochotně, a tak je nutné titrační směs zahřívat.

Pro stanovení bodu ekvivalence je možné využít oxidačně-redukční elektrodu. Nástup bodu ekvivalence je při této titraci patrný i bez použití jakéhokoliv dalšího indikátoru. Nastává totiž při takové spotřebě odměrného roztoku manganistanu draselného, kdy se jeho fialový odměrný roztok při přidávání do titrační směsi přestane odbarvovat.

Pomůcky:

titrační baňky (3 ks, 250 mL), byreta (25 mL), odměrná baňka (100 mL), kádinka (150 mL), laboratorní stojan, svorka, držák, chňapka, trojnožka, síťka s keramickou vložkou, filtrační papír, redox elektroda (ORP Sensor), senzor teploty GO!Temp, USB rozhraní GO!Link, notebook s nainstalovaným programem Logger Lite či Logger Pro

Reagencie:

manganistan draselný KMnO_4

dihydrát kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

kyselina sírová H_2SO_4 ($w(\%) = 20 \%$)

destilovaná voda H_2O

Postup:

Na digitální váze se odváží přibližně přesně 4,0 g manganistanu draselného KMnO_4 a tato navážka se rozpustí v malé kádince v cca 70 mL destilované vody. Následně se připravený roztok pomocí filtrační nálevky přelije do odměrné baňky o objemu 100 mL a její obsah se doplní destilovanou vodou po rysku.

Připraveným roztokem se naplní byreta. Poté se naváží tři vzorky dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ o přibližné hmotnosti 1,50 g a postupně se vpraví do titračních baněk. V nich se rozpustí v cca 50 mL destilované vody a do každé se přidá přibližně po 10 mL 20% kyseliny sírové H_2SO_4 . Postupně se obsahy jednotlivých baněk zahřejí na síťce s keramickou vložkou ležící na trojnožce na teplotu cca 50 °C (ověřuje se pomocí senzoru teploty Go! Temp) a ještě za horka se titrují (s využitím chňapky) odměrným roztokem manganistanu draselného do doby, dokud se přidávaný manganistan nepřestane odbarvovat.

Dále se na analytickou váhu umístí kádinka (150 mL), do které se odváží přibližně přesně 0,10 g vzorku dezinfekčního prostředku BODE Sterillium. Vzorek v kádince se doplní destilovanou vodou na přibližný objem cca 25 mL a dále se do ní přilije stejný objem 20% kyseliny sírové H_2SO_4 .

Kádinka se umístí na sítku s keramickou vložkou ležící na trojnožce a její obsah se zahřeje.

Jakmile začne docházet k varu, postaví se kádinka na magnetickou míchačku, vloží se do ní míchadlo a ORP Sensor a za stálého míchání se titruje odměrným roztokem manganistanu draselného, přičemž se zaznamenávají hodnoty rovnovážného napětí E po přidavku každých 0,2 mL roztoku manganistanu draselného. Titrace se ukončí po provedení 4. měření po výrazném nárůstu hodnoty rovnovážného napětí E .

Naměřené hodnoty:

Navážka manganistanu draselného KMnO_4 [g]:

Navážka dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2$ [g]:

1. navážka

2. navážka

3. navážka

Navážka vzorku přípravku BODE Sterillium [g]:

Spotřeba odměrného manganistanu draselného KMnO_4 při titraci roztoku připraveného z navážky dihydrátu kyseliny šťavelové $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ [mL]:

1. spotřeba

2. spotřeba

3. spotřeba

Spotřeba odměrného roztoku manganistanu draselného KMnO_4 v bodě ekvivalence při titraci vzorku přípravku BODE Sterillium [mL]:

Chemické rovnice:

Oxidace propanolu (obecně $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$) manganistanem draselným v prostředí kyseliny sírové na až oxid uhličitý (a další produkty):

Související výpočty:

Molární koncentrace odměrného roztoku manganistanu draselného KMnO_4 [$\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$]:

Hmotnost propanolu v analyzovaném vzorku [g]:

Hmotnostní procento propanolu v přípravku BODE Sterillium [%]:

Závěr:

4. METODICKÉ POKYNY A TESTOVÉ ÚLOHY

4.1 Extrakce a chromatografie rostlinných barviv

Technické a didaktické poznámky pro učitele:

- Jako rostlinný materiál lze použít například listy břečťanu, javoru, špenát aj.
- Pro extrakci je každé studijní skupince vhodné odlít alespoň 25 mL acetonu.
- Mobilní fázi připravte smísením 40 mL benzínu, 4 mL isopropanolu a 0,1 mL vody (přibližně 2 kapky) a tento roztok dejte žákům k dispozici pro odlití potřebného množství.
- Zastoupení jednotlivých extrahovaných rostlinných barviv z listů je závislé na ročním období, kdy je praktikum prováděno.
- Automatickou pipetu je možné nahradit kapilárou nebo tenkou skleněnou tyčinkou.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (výpočet relativní molekulové hmotnosti ze strukturního vzorce)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, tření, práce s automatickou pipetou, provedení chromatografie)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (separační metody, extrakce, chromatografie, rozpustnost látek)
- biochemie (rostlinná barviva)

Použitá a související literatura:

http://www.sci.muni.cz/botany/rotreklova/pokusy/Rostlinna_barviva.PDF

http://kfrserver.natur.cuni.cz/lide/edmunz/praktika_fr/mb130c14/navody/1_barviva.pdf

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Provádí se pouze extrakce a chromatografie rostlinných barviv, vynechává se spektrofotometrie.

Extrakce a chromatografie rostlinných barviv - test

1. Do následujícího textu doplňte správné výrazy:

Plastidová barviva se nazývají¹⁾, neboť jsou rozpustná v/ve²⁾
Vakuolární barviva jsou rozpustná v/ve³⁾, a tak se nazývají⁴⁾

- 1) a) lipochromy b) hydrochromy
- 2) a) tucích b) vodě
- 3) a) tucích b) vodě
- 4) a) lipochromy b) hydrochromy

2. Uveďte, jakou barvu mají:

- a) chlorofyly:
- b) karoteny:
- c) xantofyly:

3. Jaká je hlavní funkce chlorofylů?

4. Jakou barvu nejvíce absorbuje molekula β -karotenu?

5. Nakreslete strukturní vzorce acetonu a isopropanolu:

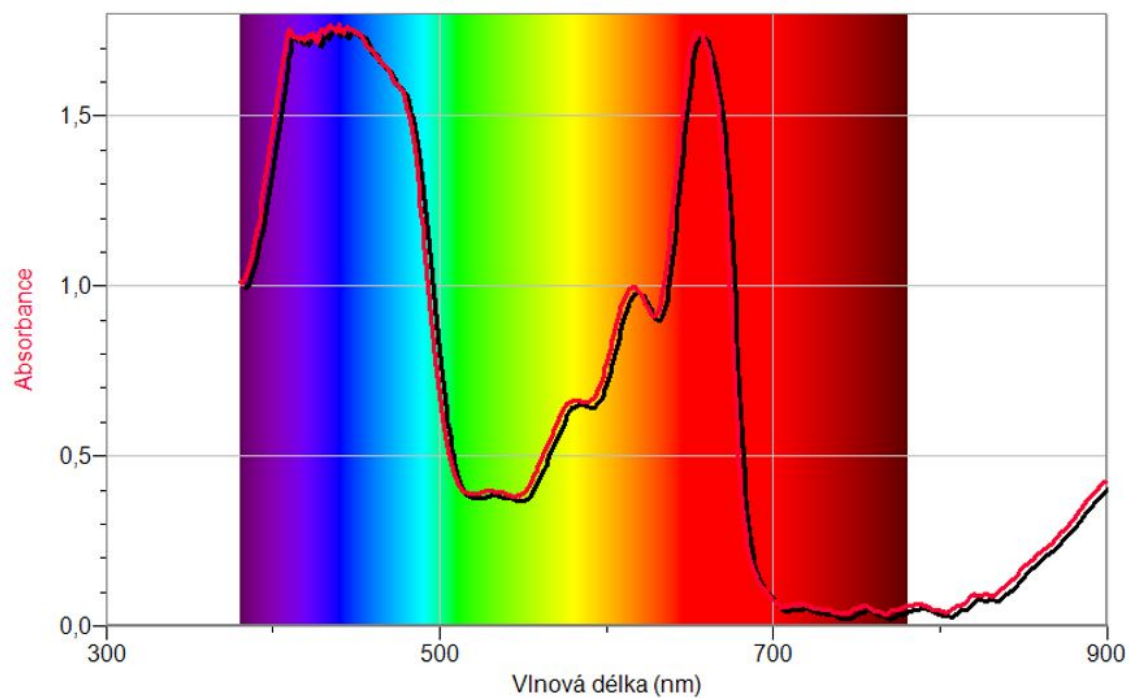
6. Jakých hodnot může nabývat retenční faktor R_f ?

7. Vypočítejte retenční faktor vzorku, které se nachází 1,2 cm od startovní čáry, je-li vzdálenost čela od této skvrny 0,8 cm:

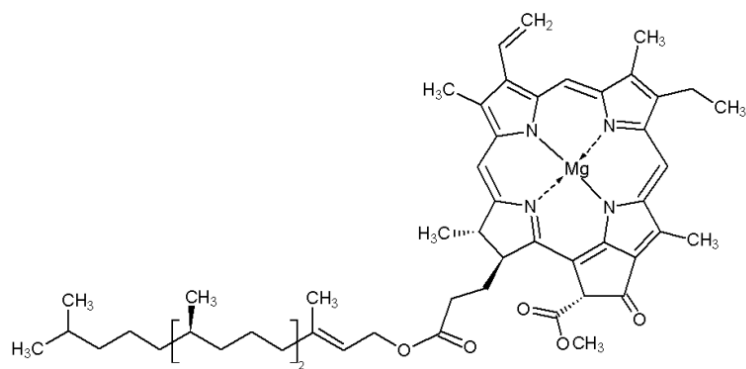
8. Proč se pro spektrofotometrické měření acetonového extraktu používá skleněná kyveta?

Extrakce a chromatografie rostlinných barviv - autorské řešení

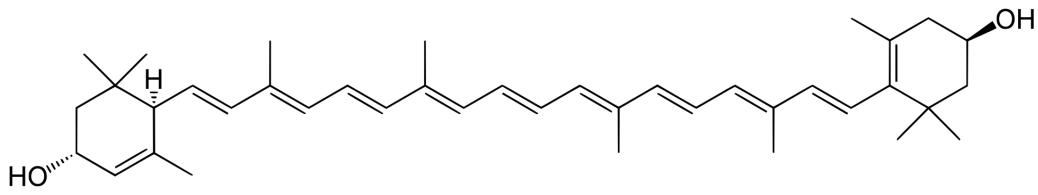
Ukázka naměřeného spektra:



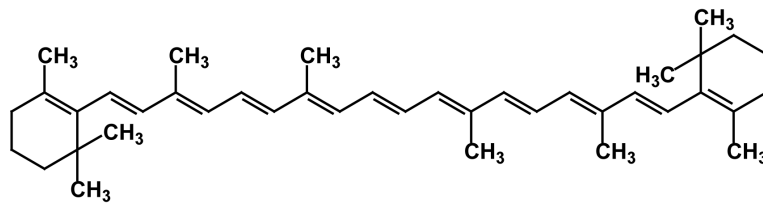
Strukturální vzorce a relativní molekulové hmotnosti rostlinných barviv:



Obr.: Struktura chlorofylu A, $M_r = 893,49$



Obr.: Struktura luteinu, $M_r = 568,87$



Obr.: Struktura β -karotenu, $M_r = 536,87$

Vzdálenost konkrétního barviva od startovní čáry je dána jednak jeho relativní molekulovou hmotností a schopností nechat se unášet molekulami konkrétní mobilní fáze.

Autorské řešení testu:

1. 1. a) 2. a) 3. b) 4. b)
2. a) zelenou b) oranžovou c) žlutá až červená
3. Umožňují fotosyntézu
4. Modrou
5. Aceton $(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{O}$, isopropylalkohol $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$
6. 0-1
7. 0,6
8. Aceton by plastovou květu rozpustil

4.2 Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru

Technické a didaktické poznámky pro učitele:

- Před zahájením praktika je vhodné žákům připravit zásobní roztoky síranu měďnatého CuSO_4 (1500 mL vodný roztok obsahující cca 170 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) hydroxidu sodného NaOH (500 mL vodný roztok obsahující cca 56 g NaOH).
- Tablety hroznového cukru je vhodné zakoupit takové, aby neobsahovaly přídavek vitamínu C, který má obdobné redukční schopnosti jako glukosa.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (hmotnostní procento, výpočty z chemických rovnic)
- biochemie (redukční schopnosti sacharidů)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, příprava roztoků, tření, zahřívání roztoků, filtrace)

Časová náročnost: 90 minut

Zařazení tématu:

- biochemie (sacharidy)

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Není realizovatelné.

Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru - test

1. Do následujícího textu doplňte správné výrazy:

Glukosa je příkladem ¹⁾ sacharidů. Z hlediska počtu obsažených monosacharidových jednotek se jedná o ²⁾ ³⁾ měďnaté soli Cu^{2+} , která má modrou barvu, vzniká v zásaditém prostředí ⁴⁾ sraženina oxidu měďného Cu_2O .

- 1) a) redukujících b) neredukujících c) oxidujících
2) a) monosacharid b) oligosacharid c) polysacharid
3) a) Redukcí b) Oxidací c) Kondenzací
4) a) bílá b) oranžová c) zelená

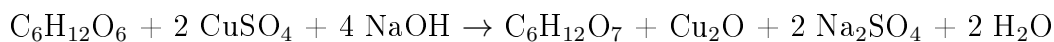
2. Napište chemickou rovnici reakce měďnaté soli (Cu^{2+}) s glukosou ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$) v zásaditém prostředí (OH^-):

3. Vypočítejte objemy 10% roztoků síranu měďnatého CuSO_4 a hydroxidu sodného NaOH (uvažujte hustoty obou roztoků $\rho = 1,00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) potřebných pro reakci s 2,50 g glukosy:

4. Vypočítejte hmotnostní procento glukosy v tabletě hroznového cukru, jestliže tableta v tabletě o hmotnosti 0,39 g bylo stanoveno 0,33 g glukosy:

Stanovení obsahu glukosy v tabletě hroznového cukru - autor- ské řešení

Rovnice glukosy se síranem měďnatým a hydroxidem sodným:



Hmotnost síranu měďnatého potřebného pro reakci s 1,00 g glukosy:

2,78 g

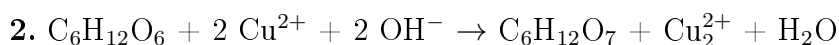
Hmotnost hydroxidu sodného potřebného pro reakci s 1,00 g glukosy:

0,89 g

Rovnice regresní přímky bude mít tvar $y = kx + q$, kde y bude absorbance A vzorku, proměnná x hmotnostní koncentrace glukosy ρ a směrnice k musí být záporná (s rostoucí hmotnostní koncentrací se snižuje absorbance roztoku výchozí modré skalice) a absolutní člen q bude kladný (při nulové hmotnostní koncentraci je absorbance kladná).

Autorské řešení testu:

1. 1. a) 2. a) 3. a) 4. b)



3. 7 ml 10% roztoku $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 1 ml 10% roztoku NaOH

4. 85 %

4.3 Stanovení obsahu alkoholu v destilátu

Technické a didaktické poznámky:

- Směs pro destilaci se připraví nalitím 375 mL 96% ethanolu do odměrné baňky o objemu 1000 mL a jejím doplněním destilovanou vodou po rysku
- Při realizaci praktika je vhodné s žáky diskutovat využití destilace alkoholů při výrobě alkoholických nápojů, zmínit rizika domácího pálení (přítomnost methanolu) a zavést/ připomenout pojem azeotropní směs
- Žáky je možné upozornit na objemovou dilataci při mísení ethanolu a vody (ve všech zkumavkách se mísí v součtu 10 ml kapalin, avšak výsledné objemy jsou rozdílné)

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (objemové procento)
- obecná chemie (index lomu)
- práce v laboratoři (separační metody, destilace, refraktometrie)

Časová náročnost: 90 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (separační metody)
- organická chemie (alkoholy)

Použitá a související literatura:

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Množství ethanolu v jednotlivých frakcích by se mohlo zjišťovat například manganometrickou titrací, což by však bylo příliš zdlouhavé.

4.4 Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka

Technické a didaktické poznámky:

- Stanovení je připraveno na zjišťování kyselosti čerstvého mléka. Při titraci zkysaného mléka by byl objem odměrného roztoku hydroxidu sodného v byretě nedostatečný.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (molární koncentrace, faktor, výpočty z chemických rovnic)
- práce v laboratoři (navazování látek, příprava roztoků, titrace)

Časová náročnost: 90 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (acidobazické titrace)
- organická chemie (kyselina mléčná)
- biochemie (mléčný cukr, mléčné kvašení)
- analytická chemie (kvantitativní analýza, odměrná analýza, acidobazická titrace, alkalimetrie)

Použitá a související literatura:

- Javorský, Petr a kol. Chemické rozbory v zemědělských laboratořích. Ministerstvo zemědělství a výživy ČSR. České Budějovice, 1987. 1. vydání.
- Mokrejšová, Olga. *Praktická a laboratorní výuka chemie*. Nakladatelství TRITON s.r.o. Praha 2005. 1. vydání. ISBN 80-7254-726-7.

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Na místo pH elektrody je možné použít acidobazický indikátor fenolftalein a titraci provádět do změny barvy titrovaného roztoku do růžova. Kvůli sytosti zabarvení mléka je nutné použít alespoň cca 2 mL indikátoru.

Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka - test

1. Do následujícího textu doplňte správné výrazy:

Kyselina mléčná vzniká ¹⁾ mléčného cukru (²⁾). Stárnutím se kyselost mléka ³⁾ Pro její stanovení při použití metody Soxhlet-Henkela se používá 0,25M roztok hydroxidu sodného, přičemž kyselost mléka v jednotkách °SH se vypočítá jako ⁴⁾ spotřeby tohoto odměrného roztoku v mililitrech.

- 1) a) redukcí b) neutralizací c) oxidací
- 2) a) glukosy b) laktosy c) maltosy
- 3) a) snižuje b) zvyšuje c) nemění
- 4) a) čtvrtina b) polovina c) dvojnásobek

2. Napište rovnici reakce:

a) kyseliny šťavelové s hydroxidem sodným:

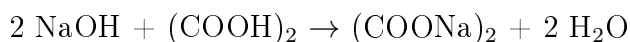
b) kyseliny mléčné s hydroxidem sodným:

3. Vypočítejte faktor odměrného roztoku hydroxidu sodného vzniklého rozpuštěním 1,04 g hydroxidu sodného NaOH v destilované vodě v odměrné baňce (100 mL) a doplněním destilovanou vodou po rysku, jestliže byla zamýšlená koncentrace $c_0 = 0,25 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$:

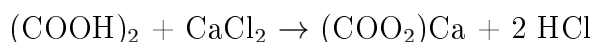
4. Vypočítejte průměrnou spotřebu odměrného roztoku hydroxidu sodného při jeho standardizaci, jestliže jednotlivé spotřeby tohoto roztoku byly 18,6 mL, 18,9 mL a 18,9 mL:

Alkalimetrické stanovení kyselosti mléka - autorské řešení

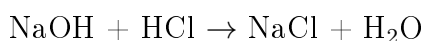
Reakce hydroxidu sodného s kyselinou šťavelovou:



Reakce kyseliny šťavelové s chloridem vápenatým:



Reakce hydroxidu sodného s produktem předchozí reakce:



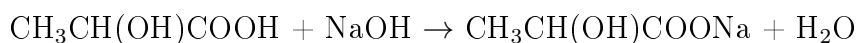
Koncentrace odměrného roztoku hydroxidu sodného NaOH po dosazení průměrné navážky dihydrátu kyselina šťavelové $(\text{COOH}_2) \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (v gramech) a průměrné spotřeby odměrného roztoku NaOH (v mL) $[\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{2 \cdot m((\text{COOH})_2)}{126,07 \cdot V(\text{NaOH})}$$

Faktor odměrného roztoku hydroxidu sodného:

$$f = \frac{c}{0,25}$$

Kyselina mléčná reaguje s hydroxidem sodným v molárním poměru 1:1:



Autorské řešení testu:

1. 1. a) 2. b) 3. b) 4. c)

2. a) $(\text{COOH})_2 + 2 \text{NaOH} \rightarrow (\text{COONa})_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$

b) $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

3. $f = 1,04$

4. 18,8 mL

4.5 Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu

Technické a didaktické poznámky pro učitele:

- Navážky jsou připravené pro titraci 1 ml prostředku Dominator, který má hmotnostní koncentraci $360 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$.
- Odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové HCl je vhodné žákům připravit. Postup přípravy je závislý na koncentraci kyseliny chlorovodíkové, kterou má škola k dispozici.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (molární koncentrace, faktor, hmotnostní koncentrace, výpočty z chemických rovnic)
- obecná chemie (acidobazické reakce, disociace)
- organická chemie (aminy, karboxylové kyseliny)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, příprava roztoků, pipetování, titrace)

Časová náročnost: 90 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (acidobazické reakce)

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Titrace by se prováděly s využitím acidobazického indikátoru.

Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu - test

1. Napište názvy a značky chemických prvků, které jsou přítomny v molekule glyfosátu:

2. Molekulu glyfosátu rozhodně nelze považovat za:

- a) derivát kyseliny fosforečné
- b) halogenderivát
- c) deriváty karboxylové kyseliny
- d) aminosloučeninu

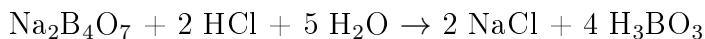
3. Vypočítejte relativní molekulovou hmotnost dekahydrátu tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$:

4. Vypočítejte molární koncentraci roztoku kyseliny chlorovodíkové, jestliže 17,8 mL tohoto roztoku bylo použito pro titraci roztoku vzniklého rozpustěním 1,87 g tetraboritanu sodného v cca 25 mL vody:

5. Vypočítejte látkové množství kyseliny chlorovodíkové potřebné pro neutralizaci 1,50 g hydroxidu sodného:

Zpětné acidimetrické stanovení obsahu glyfosátu v herbicidu - autorské řešení

Reakce tetraboritanu sodného s kyselinou chlorovodíkovou:



Molární koncentrace odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové HCl po dosazení navážky dekahydrátu tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (v gramech) a spotřeby odměrného roztoku této kyseliny (v mL) $[\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{2 \cdot m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}{381,37 \cdot V(\text{HCl})}$$

Faktor odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové:

$$f = \frac{c}{0,50}$$

Po zjištění počtu e bodů ekvivalence se zjistí, v jakém poměru reagoval glyfosát s hydroxidem sodným (1: e). Hmotnost glyfosátu obsaženého ve vzorku po dosazení spotřeby odměrného roztoku HCl pro dosazení 1. bodu ekvivalence ($V(\text{HCl})$) při zpětné titraci je:

$$m = \frac{169,07}{e} \left(\frac{m(\text{NaOH})}{40} - 0,50 \cdot f \cdot V(\text{HCl}) \right)$$

Autorské řešení testu:

1. Uhlík C, Vodík H, Kyslík O, Dusík N, Fosfor P
2. b
3. 371,37
4. 0,55 mol·L⁻¹
5. 0,0375 mol

4.6 Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce

Technické a didaktické poznámky pro učitele:

- Schwarzenbachův pufr se připraví smísením 13,50 g chloridu amonného NH_4Cl s 90 mL 25% čpavkové vody NH_3 a doplněním této směsi na objem 250 mL v odměrné baňce.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (hmotnostní koncentrace, molární koncentrace, výpočty z chemických rovnic)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, příprava roztoků, pipetování, titrace)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (srážecí reakce)
- anorganická chemie (halogenidy, sloučeniny stříbra)
- analytická chemie (kvantitativní analýza, odměrná analýza, komplexotvorná titrace, chelatometrie)

Použitá a související literatura:

<https://web.natur.cuni.cz/analchem/zprakt/navody.pdf>

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Selektivní stanovení vápenatých iontů se provádí v alkalickém prostředí s využitím indikátoru murexid. Roztok se titruje do změny barvy z oranžovo-červené na červeno-fialovou.

Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce - test

1. Do následujícího textu doplňte správné výrazy:

Chelaton III je ¹⁾ kyseliny ethylendiamintetraoctové. Jeho reakcí s kationty různých kovů vznikají v alkalickém prostředí ²⁾ Tato reakce probíhá v molárním poměru ³⁾ a její produkty je možné signalizovat pomocí ⁴⁾ indikátorů.

- | | | | |
|----|---------------------|------------------------|------------------|
| 1) | a) halogenderivátem | b) solí | c) komplexem |
| 2) | a) cheláty | b) podvojně sloučeniny | c) cheláty |
| 3) | a) 1:1 | b) 1:2 | c) 2:1 |
| 4) | a) acidobazických | b) metalochromních | c) ORP elektrody |

2. Napište názvy a vzorce složek Schwarzenbachova pufru:

3. Uveďte český název a značku chemického prvku, jehož latinský název je podobný s názvem jedné české minerální vody:

4. Vypočítejte molární koncentraci roztoku Chelatonu III připraveného rozpuštěním 3,75 g této látky v destilované vodě v odměrné baňce (100 mL) a doplněním obsahu této baňky po rysku [mol·L⁻¹]:

5. Doporučená hodnota obsahu vápníku v pitné vodě je 40-80 mg·L⁻¹ a hořčíku 20-30 mg·L⁻¹. Určete doporučené molární koncentrace těchto prvků v pitné vodě [mol·L⁻¹]:

Stanovení obsahu vápníku a hořčíku v minerální vodě a mléce - autorské řešení

Molární koncentrace odměrného roztoku Chelatonu III po dosažení navážky této látky (v gramech) rozpuštěné ve 100 mL destilované vody [$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]:

$$c = \frac{m}{37,22}$$

Látkové množství vápníku a hořčíku po dosažení koncentrace odměrného roztoku Chelatonu III (v $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) a spotřeby tohoto roztoku (v mL) [mol]:

$$n = c \cdot V$$

Látkové množství hořčíku se vypočítá jako rozdíl celkového látkového množství hořčíku a vápníku (zjištěné titrací) a látkového množství vápníku (zjištěné iontově selektivní elektrodou).

Autorské řešení testu:

1. b) 2. c) 3. a) 4. b)
2. Amoniak (čpavková voda) NH_3 , chlorid amonný NH_4Cl
3. Hořčík Mg
4. 0,101 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$
5. Vápník 1,0 - 2,0 $\text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$, hořčík 0,87 - 1,30 $\text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$

4.7 Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách

Technické a didaktické poznámky:

- Úloha je ověřena na solených brambůrkách Bohemia Chips, které mají obsahovat nejvýše 2,2 % soli. Při použití brambůrek s výrazně odlišným obsahem soli je vhodné přepočítat buď navážku brambůrek, nebo dusičnanu stříbrného.
- Roztok obsahující bramborové lupínky je příliš viskózní, a tak je obtížné ho přefiltrovat.
- Podle možností školy je vhodné zbytky dusičnanu stříbrného nechat recyklovat.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (hmotnostní zlomek, molární koncentrace, výpočty z chemických rovnic)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, zahřívání, titrace)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (srážecí reakce)
- anorganická chemie (halogenidy, sloučeniny stříbra)
- analytická chemie (odměrná analýza, kvantitativní analýza, argentometrie)

Použitá a související literatura:

<https://web.natur.cuni.cz/analchem/zprakt/navody.pdf>

<http://anl.zshk.cz/vyuka/konduktometrie.aspx>

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Argentometrickou titraci je možné provádět například s využitím indikátoru fluoresceinu, kdy je bod ekvivalence indikován změnou barvy titrovaného roztoku na béžovou.

Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách - test

1. Doplňte následující chemické rovnice:

- a) $\text{AgNO}_3 + \dots \rightarrow \text{AgCl} + \text{NaNO}_3$ b) $\dots + \text{KBr} \rightarrow \text{AgBr} + \text{KNO}_3$
c) $\text{AgNO}_3 + \text{NaF} \rightarrow \text{AgF} + \dots$ d) $\text{AgNO}_3 + \text{KI} \rightarrow \dots + \text{KNO}_3$

2. Uveďte, jakou barvu mají uvedené halogenidy stříbrné ve vodném roztoku:

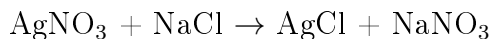
- a) Fluorid stříbrný AgF b) Bromid stříbrný AgBr
c) Chlorid stříbrný AgCl d) Jodid stříbrný AgI

3. Kolik gramů (na 2 desetinná místa) dusičnanu stříbrného AgNO_3 je zapotřebí navážít pro přípravu 100 mL jeho odměrného roztoku, jestliže má být spotřeba tohoto roztoku při titraci 0,10 g chloridu sodného NaCl (v roztoku) 20 mL?

4. Kolik gramů soli je maximálně obsaženo v sáčku brambůrek (77 g), jestliže podle etikety připadá na 100 g bramborových lupínku nejvýše 2,2 g soli?

Argentometrické stanovení obsahu soli v brambůrkách - autor- ské řešení

Rovnice reakce dusičnanu stříbrného a chloridu sodného:



Molární hmotnost dusičnanu stříbrného AgNO_3 [$\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$]: 169,87

Molární koncentrace dusičnanu stříbrného AgNO_3 po dosazení navážky dusičnanu stříbrného [$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]:

$$c = \frac{m(\text{AgNO}_3)}{4,25}$$

Hmotnost chloridu sodného NaCl ve vzorku brambůrek po dosazení koncentrace roztoku AgNO_3 (v $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) a spotřeby tohoto roztoku (v mL) [mg]:

$$m(\text{NaCl}) = 58,4 \cdot c \cdot V$$

Hmotnostní procento soli ve vzorku brambůrek po dosazení hmotnosti chloridu sodného (v gramech) a hmotnosti brambůrek [%]:

$$w(\text{NaCl})(\%) = \frac{m(\text{NaCl})}{m}$$

Autorské řešení testu:

1. a) NaCl b) AgNO_3 c) NaNO_3 d) AgI
2. a) bezbarvý roztok b) nažloutlá sraženina c) bílá sraženina d) žlutá sraženina
3. 1,45 g
4. 1,7 g

4.8 Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně

Technické a didaktické poznámky:

- Pro realizaci experimentu s využitím ORP elektrody je možné použít červené nebo bílé víno. Pokud by se titrace prováděla bez použití ORP elektrody (viz níže), muselo by se použít bílé víno.
- Metodicky lze každé skupině pracujících studentů dát vzorek jiného vína s rozdílným obsahem siřičitanů a na konci praktika tyto výsledky porovnat s hodnotami na etiketě láhve od vína i vzájemně mezi jednotlivými skupinami.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (molární koncentrace, hmotnostní koncentrace, výpočty z chemických rovnic)
- práce v laboratoři (navazování látek, příprava roztoků, pipetování, titrace)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (oxidačně-redukční reakce)
- anorganická chemie (jod a jeho sloučeniny, síra a její sloučeniny)
- analytická chemie (kvantitativní analýza, jodometrie)

Použitá a související literatura:

Dufek, Petr: Stanovení oxidu siřičitého ve víně standardními i alternativními metodami (diplomová práce, 2014)

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

ORP elektroda se dá nahradit roztokem škrobu, přičemž titrace se provádí se objevením modrého zabarvení roztoku.

Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně - test

1. Uveďte názvy a vzorce alespoň 5 sloučenin přítomných ve víně, které jsou klasifikovány jako volné siřičitany:

2. Kvůli kterým 2 vlastnostem se přidává oxid siřičitý do vína?

3. Jodometrie je příkladem titrace:

- a) acidobazické
- b) komplexotvorné
- c) redoxní
- d) srážecí

4. Napište chemickou rovnici reakce thiosíranu sodného s jodem:

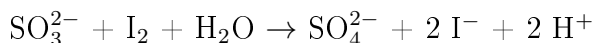
5. Vypočítejte molární koncentraci roztoku jodu vzniklého rozpuštěním 0,20 g jodu I_2 ve vodném roztoku jodidu draselného KI v odměrné baňce (100 mL) a doplněním destilovanou vodou po rysku [$\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]:

6. Proč se jod rozpouští ve vodném roztoku jodidu draselného KI a ne jen v destilované vodě?

7. Vypočítejte hmotnostní koncentraci siřičitanů (v přepočtu na SO_2) ve vzorku 50 mL vína, bylo-li v něm stanoveno 4,5 mmol siřičitanů [$\text{m}\cdot\text{L}^{-1}$]:

Přímé jodometrické stanovení siřičitanů ve víně - autorské řešení

Rovnice reakce siřičitanů s jodem:



Molární koncentrace odměrného roztoku jodu I_2 po dosazení jeho hmotnosti (v gramech) $[\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{m(\text{I}_2)}{25,39}$$

Hmotnostní koncentrace (v $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) siřičitanů v titrovaném vzorku vína se vypočítá po dosazení spotřeby odměrného roztoku jodu $V(\text{I}_2)$ ze vztahu:

$$\rho(\text{SO}_3^{2-}) = 20 \cdot c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) \cdot 80$$

Autorské řešení testu:

1. Například oxid siřičitý SO_2 , siřičitan sodný Na_2SO_3 , siřičitan vápenatý CaSO_3 , hydrogensiřičitan sodný NaHSO_3 , hydrogensiřičitan vápenatý $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$, hydrogensiřičitan draselný KHSO_3 , disiřičitan sodný $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ či disiřičitan draselný $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$
2. Antioxidační a antibakteriální
3. c)
4. $2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + \text{I}_2 \rightarrow 2\text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$
5. $7,87 \text{ mmol}\cdot\text{L}^{-1}$
6. Jod je špatně rozpustný ve vodě (molekuly jodu jsou nepolární, zatímco voda je polárním rozpouštědlem), dobře v roztoku jodidu draselného (kvůli tvorbě komplexů KI_3)
7. $1,41 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$

4.9 Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředí Savo

Technické a didaktické poznámky:

- Pro experiment je nutné použít prostředek Savo Original, neboť některé jiné alternativy obsahují na místo chlornanů peroxid vodíku

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (molární koncentrace, výpočty z chemických rovnic, hmotnostní procento)
- práce v laboratoři (pipetování, navažování pevných látek, příprava roztoků, titrace)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (oxidačně-redukční reakce)
- anorganická chemie (chlornany)
- analytická chemie (kvantitativní analýza, odměrná analýza, redoxní titrace, jodometrie)

Použitá a související literatura:

<http://ach.upol.cz/user-files/files/jodometricke-stanoveni-chlornanu.pdf>

http://www.mssch.cz/sites/default/files/_uzivatele/tupa/1171029842.savo_.pdf.pdf

https://kabcizj.gjn.cz/OPPA/VM_CH/CH20_VM_Titrace_Savo.pdf

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Titrace se provádí s využitím roztoku škrobu do změny barvy titrovaného roztoku na modrou.

Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředku Savo - test

1. Účinnou látkou mnoha čisticích prostředků je chlornan sodný, nebo peroxid vodíku. Vysvětlete na konkrétních chemických rovnicích dezinfekční účinky těchto sloučenin:

2. Pro jodometrické stanovení chlornanů se používá titrace:

- a) přímá b) nepřímá c) zpětná

3. Napište rovnici reakce chlornanu sodného s jodidem draselným v prostředí kyseliny sírové:

4. Vypočítejte hmotnost jodidu draselného KI potřebného pro přípravu 100 mL jeho odměrného roztoku, je-li zapotřebí, aby ve 25 mL tohoto roztoku bylo rozpuštěno 2,50 mmol jodidu [g]:

5. Ve vzorku 2,50 mL prostředku Savo Original ($\rho = 1,00 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) bylo stanoveno 1,50 mmolu chlornanu sodného. Jaké je hmotnostní procento chlornanu v tomto prostředku [%]?

Nepřímé jodometrické stanovení chlornanů v prostředí Savo - autorské řešení

Molární koncentrace roztoku jodidu draselného KI po dosazení jeho navážky (v gramech) $[\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{m(\text{KI})}{16,6}$$

Molární koncentrace roztoku thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ po dosazení navážky jeho pentahydrátu (v gramech) $[\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{m(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}{6,20}$$

Hmotnost chlornanu sodného ve vzorku se vypočítá z rovnice:

$$m(\text{NaClO}) = 74,5 \cdot c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2)$$

Autorské řešení testu:

1. $\text{NaClO} \rightarrow \text{NaCl} + \text{O}$, $\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{O}$ (dezinfekční účinky má atomární kyslík)
2. b)
3. $\text{NaClO} + 2 \text{KI} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{I}_2 + \text{NaCl} + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
4. 1,66 g KI
5. 4,5 %

4.10 Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku

Technické a didaktické poznámky:

- Pro experiment je nutné použít alkoholický dezinfekční prostředek (vybrán Sterilium), neboť jiné přípravky obsahují různé účinné látky, např. Cutasept F obsahuje kvartérní amoniiové soli nebo Betadine obsahuje jodovaný povidon. - Rozpouštění manganistanu draselného ve vodě nemusí jít snadno, avšak je důležité veškerou navážku této látky kvantitativně převést do odměrného roztoku.

Výchozí znalosti a dovednosti:

- chemické výpočty (molární koncentrace, výpočty z chemických rovnic, hmotnostní procento)
- práce v laboratoři (navazování pevných látek, příprava roztoků, zahřívání roztoků, titrace)

Časová náročnost: 45 minut

Zařazení tématu:

- obecná chemie (oxidačně-redukční reakce)
- anorganická chemie (mangan a jeho sloučeniny)
- organická chemie (alkoholy)
- analytická chemie (kvantitativní analýza, odměrná analýza, redoxní titrace, manganometrie)

Realizace experimentu bez využití měřicích přístrojů:

Bod ekvivalence lze spatřit i vizuálně jako první přídavek manganistanu draselného, po kterém se titrovaný roztok zbarví fialově.

Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku - test

1. Do následujícího textu doplňte správné výrazy:

Propan-1-ol je příkladem ¹⁾ alkoholů, zatímco propan-2-ol se mezi ²⁾ alkoholy. Oxidací alkoholů vznikají nejprve ³⁾ sloučeniny. Tato oxidace je realizovatelná v ⁴⁾ prostředí například pomocí manganistanu draselného $KMnO_4$.

- 1) a) primárních b) sekundárních c) terciárních
- 2) a) primárních b) sekundárních c) terciárních
- 3) a) organokovové b) karbonylové c) karboxylové
- 4) a) kyselém b) neutrálním c) zásaditém

2. Uveďte barvy jednotlivých sloučenin ve vodném roztoku:

- | | |
|-------------------------------|----------------------------|
| a) Manganistan draselný | b) Manganan draselný |
| c) Oxid manganičitý | d) Síran manganatý |

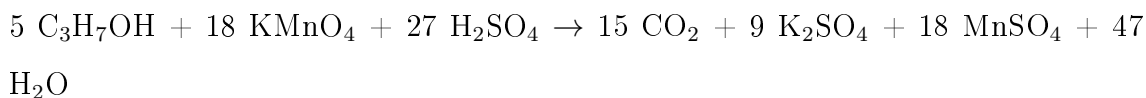
3. Napište chemickou rovnici:

- a) Reakce manganistanu draselného s kyselinou šťavelovou v prostředí H_2SO_4 :
- b) Reakce manganistanu draselného s ethanolem v prostředí H_2SO_4 :

4. Jaké látkové množství propanolu se zoxiduje při titraci 21,3 mL roztoku manganistanu draselného v kyselém prostředí, jestliže 100 mL tohoto roztoku obsahuje 4,2 g manganistanu draselného [mmol]?

Manganometrické stanovení alkoholů v dezinfekčním prostředku - autorské řešení

Rovnice oxidace propanolu manganistanem draselným v prostředí kyseliny sírové:



Molární koncentrace roztoku manganistanu draselného KMnO_4 po dosažení jeho navážky (v gramech) $[\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}]$:

$$c = \frac{m(\text{KMnO}_4)}{15,8}$$

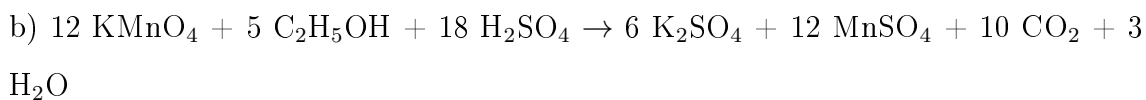
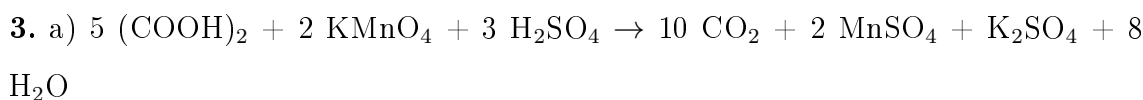
Hmotnost alkoholu (propanolu) přítomného ve vzorku se vypočítá po dosažení spotřeby odměrného roztoku manganistanu draselného KMnO_4 (v mL) z rovnice:

$$m = \frac{5}{4} \cdot 60 \cdot c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

Autorské řešení testu:

1. 1. a) 2. b) 3. b) 4. a)

2. a) Fialový roztok b) Zelený roztok c) Hnědá sraženina d) Bezbarvý roztok



4. 1,57 mmol