



Univerzita Karlova v Praze – Přírodovědecká fakulta  
Katedra učitelství a didaktiky chemie a Katedra analytické chemie

---

*Kurs: Současné pojetí experimentální výuky chemie na ZŠ a SŠ*

# **Analytické experimenty vhodné do školní výuky**

Karel Nesměrák

<http://www.natur.cuni.cz/~nesmerak>

Praha, 20. dubna 2007



Poté se z látek v mikrozkušavkách vytvoří roztoky, a ve zkumavkách či na tečkovací destičce se provedou jednotlivé reakce. Výsledek se zaznamená do tabulky II.

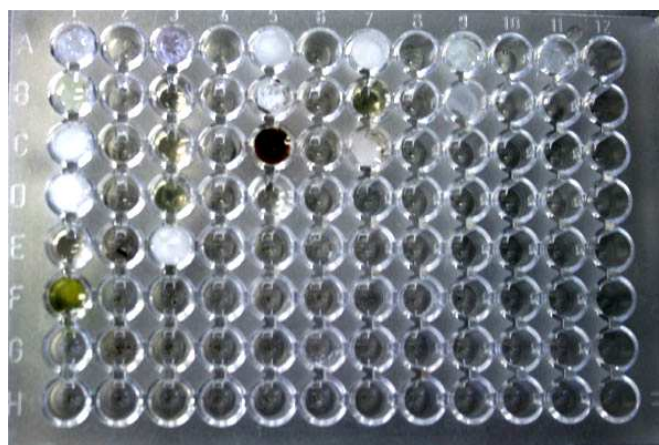
Vzájemnou kombinací údajů z obou tabulek lze určit skutečné pořadí sloučenin v jednotlivých mikrozkušavkách.

Tabulka II. Výsledky reakcí reálných vzorků.

| × | A | B | C | D | E | F | G | počet reakcí |
|---|---|---|---|---|---|---|---|--------------|
| A | × |   |   |   |   |   |   |              |
| B |   | × |   |   |   |   |   |              |
| C |   |   | × |   |   |   |   |              |
| D |   |   |   | × |   |   |   |              |
| E |   |   |   |   | × |   |   |              |
| F |   |   |   |   |   | × |   |              |
| G |   |   |   |   |   |   | × |              |



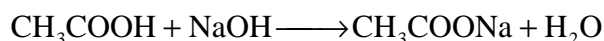
pracovní místo



tečkovací deska – výsledek

## Úloha 2. Stanovení obsahu kyseliny octové v kuchyňském octu

Kuchyňský ocet je osmiprocentním roztokem kyseliny octové, zabarveným karamellem. Kyselinu octovou, jako slabou kyselinu ( $pK_a(\text{CH}_3\text{COOH}) = 4,75$ ) lze přímo titrovat odměrným roztokem hydroxidu sodného



Vzhledem k tomu, že titrační exponent  $pT$  je větší než 7,0 musí se použít indikátoru, jehož  $pK_i$  je rovněž větší než 7; tomuto požadavku vyhovuje fenolftalein ( $pK_i = 9,4$ ), jehož ostrá barevná změna (bezbarvá – fialová) v bodě ekvivalence je navíc velmi snadno postřehnutelná.

Zanedbá-li se vliv hustoty vzorku, lze procentuální obsah kyseliny octové ve vzorku vypočítat ze vzorce

$$p_{\text{CH}_3\text{COOH}} = \frac{c_{\text{NaOH}} f_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} M_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{10 \cdot V_{\text{vz}}}$$

kde  $p_{\text{CH}_3\text{COOH}}$  je procentuální obsah kyseliny octové ve vzorku,  $c_{\text{NaOH}}$  molární koncentrace odměrného roztoku hydroxidu sodného ( $\text{mol dm}^{-3}$ ),  $f_{\text{NaOH}}$  faktor odměrného roztoku hydroxidu sodného,  $V_{\text{NaOH}}$  spotřeba odměrného roztoku hydroxidu sodného (ml),  $M_{\text{CH}_3\text{COOH}}$  molární hmotnost kyseliny octové ( $60,052 \text{ g mol}^{-1}$ ) a  $V_{\text{vz}}$  objem vzorku odpipetovaného ke stanovení (ml).

### Reagencie

- $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$  odměrný roztok hydroxidu sodného NaOH
- roztok fenolftaleinu

### Provedení

Do titrační baňky se odpipetuje 5,00 ml zkoumaného vzorku octa, přidá se asi 100 ml destilované vody, tři kapky fenolftaleinu a titruje se z 25 ml byrety odměrným roztokem hydroxidu sodného do fialového zabarvení indikátoru.



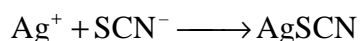
pracovní místo



titrace

### Úloha 3. Stanovení stříbra podle Volharda

Stanovení stříbra podle Volharda je založeno na reakci stříbrných iontů s thiokyanatanovými (rhodanidovými) ionty podle reakce



Jako indikátoru se při titraci podle Volharda používá síranu železito-amonného, který reaguje s nadbytkem činidla za vzniku červeného zbarvení komplexního iontu  $[\text{FeSCN}]^{2+}$ . Při titraci se přednostně sráží bílá sraženina thiokyanatanu stříbrného, teprve prvním nadbytkem vznikne červené zbarvení iontu  $[\text{FeSCN}]^{2+}$ ; přechod je pomalý a je nutné titrovat pomalu za důkladného míchání.

Zanedbá-li se vliv hustoty vzorku, lze procentuální obsah stříbra ve vzorku vypočítat ze vzorce

$$p_{\text{Ag}} = \frac{c_{\text{NH}_4\text{SCN}} f_{\text{NH}_4\text{SCN}} V_{\text{NH}_4\text{SCN}} A_{\text{Ag}}}{10 \cdot V_{\text{vz}}}$$

kde  $p_{\text{Ag}}$  je procentuální obsah stříbra ve vzorku,  $c_{\text{NH}_4\text{SCN}}$  molární koncentrace odměrného roztoku thiokyanatanu amonného ( $\text{mol dm}^{-3}$ ),  $f_{\text{NH}_4\text{SCN}}$  faktor odměrného roztoku thiokyanatanu amonného,  $V_{\text{NH}_4\text{SCN}}$  spotřeba odměrného roztoku thiokyanatanu amonného (ml),  $A_{\text{Ag}}$  atomová hmotnost stříbra ( $107,868 \text{ g mol}^{-1}$ ) a  $V_{\text{vz}}$  objem vzorku odpipetovaného ke stanovení (ml).

Pokud se tímto způsobem stanovuje obsah stříbra v kovu nebo ve slitinách, rozpouští se navážka za horka v koncentrované kyselině dusičné. Rozpuštěný vzorek je třeba odpařit do sucha, aby v roztoku nebyly přítomny oxidy dusíku, které rozkládají thiokyanatanové ionty a tedy ruší stanovení. Z kovů ruší jen velká množství mědi, kobaltu nebo niklu.

#### Reagencie

- $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$  odměrný roztok thiokyanatanu amonného  $\text{NH}_4\text{SCN}$   
Vzhledem k silné hygroskopičnosti soli se odvažuje asi 9 g  $\text{NH}_4\text{SCN}$  do 1 litru. Faktor se stanoví na odměrný roztok dusičnanu stříbrného.
- $4 \text{ mol dm}^{-3}$  roztok kyseliny dusičné  $\text{HNO}_3$
- roztok síranu železito-amonného  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$   
Nasyčený roztok  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$  v  $1 \text{ mol dm}^{-3}$  roztoku kyseliny dusičné.

#### Provedení

Vzorek v 50 ml odměrné baňce se doplní po rysku destilovanou vodou a promíchá se. Do titrační baňky se odpipetuje 5,00 ml vzorku, okyselí se 5 ml kyseliny dusičné, přidají se 2 ml roztoku indikátoru a zředí se vodou na celkový objem asi 50 ml. Titruje se zvolna za důkladného míchání z 25 ml byrety odměrným roztokem thiokyanatanu amonného tak dlouho, až vznikající červenohnědé zbarvení v mlékovitě zakaleném roztoku mizí jen pomalu. Od tohoto okamžiku se titruje jen po kapkách, až se roztok právě pozorovatelně zbarví oranžovočerveně a zbarvení nemizí ani po důkladném protřepání.



titrace



výsledek

#### Úloha 4. Stanovení zinku v zinkové masti

Zinek tvoří s disodnou solí kyseliny ethylendiammintetraoctové (EDTA) velmi stabilní komplex ( $\log K_{ZnY} = 16,5$ ), a to i ve slabě kyselém prostředí, takže jej lze přímo titrovat již při  $pH > 4$ . Jako indikátor se používá vedle Eriochrom černi T také xylenolová oranž.

Zinková mast je dermatologický přípravek užívaný zejména k podpůrné léčbě při hojení ran. Obsah hlavní léčivé složky, jíž je oxid zinečnatý, který má adstringentní účinek, lze provést po převedení zinku do roztoku (rozkladem s kyselinou chlorovodíkovou) chelatometrickou titrací.

Procentuální obsah oxidu zinečnatého ve vzorku se vypočítá podle vzorce

$$p_{ZnO} = \frac{c_{EDTA} f_{EDTA} V_{EDTA} M_{ZnO}}{10 \cdot m_{vz}}$$

kde  $p_{\text{ZnO}}$  je procentuální obsah oxidu zinečnatého ve vzorku,  $c_{\text{EDTA}}$  molární koncentrace odměrného roztoku EDTA ( $\text{mol dm}^{-3}$ ),  $f_{\text{EDTA}}$  faktor odměrného roztoku EDTA,  $V_{\text{EDTA}}$  spotřeba odměrného roztoku EDTA (ml),  $M_{\text{ZnO}}$  molární hmotnost oxidu zinečnatého ( $81,390 \text{ g mol}^{-1}$ ) a  $m_{\text{VZ}}$  hmotnost vzorku dováženého k analýze (g).

### Reagencie

- 25% kyselina chlorovodíková HCl
- $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$  odměrný roztok EDTA
- pevný urotropin
- xylenolová oranž  
Směs s  $\text{NaNO}_3$  v poměru 1:100.

### Provedení

Do 250 ml kuželové baňky se odváží 0,2 g masti přesně. Přidá se 5,0 ml kyseliny chlorovodíkové, do hrdla baňky se vloží malá nálevka a směs se krátce povaří, až se vrstva masti vyjasní. Po vyjmutí a opláchnutí nálevky z hrdla baňky se přidá 100,0 ml vody, dále xylenolová oranž a tolik pevného urotropinu až se roztok zbarví fialovo-růžově. Po přidání dalších 2 g urotropinu se roztok titruje  $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$  odměrným roztokem EDTA do změny fialovo-růžového zbarvení na žluté.



vážení masti



pracovní místo



titrace



Tabulka III. Správné teoretické řešení vzájemných reakcí úlohy 1.

| ×                                 | AgNO <sub>3</sub>                   | BaCl <sub>2</sub>       | CdSO <sub>4</sub>                   | Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | Na <sub>2</sub> S | Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>     | Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | počet reakcí |
|-----------------------------------|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|-------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|--------------|
| AgNO <sub>3</sub>                 | ×                                   | bílá sraženina (tmavne) | bílá sraženina (vylučuje se zvolna) | nažloutlá sraženina             | černá sraženina   | bílá sraženina (vylučuje se zvolna) | –                                 | 5            |
| BaCl <sub>2</sub>                 | bílá sraženina (tmavne)             | ×                       | bílá sraženina                      | bílá sraženina                  | bílý zákal        | bílá sraženina                      | bílá sraženina                    | 6            |
| CdSO <sub>4</sub>                 | bílá sraženina (vylučuje se zvolna) | bílá sraženina          | ×                                   | bílá sraženina                  | žlutá sraženina   | –                                   | bílá sraženina                    | 5            |
| Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>   | nažloutlá sraženina                 | bílá sraženina          | bílá sraženina                      | ×                               | –                 | –                                   | bílá sraženina                    | 4            |
| Na <sub>2</sub> S                 | černá sraženina                     | bílý zákal              | žlutá sraženina                     | –                               | ×                 | –                                   | černá sraženina                   | 4            |
| Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>   | bílá sraženina (vylučuje se zvolna) | bílá sraženina          | –                                   | –                               | –                 | ×                                   | bílá sraženina                    | 3            |
| Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | –                                   | bílá sraženina          | bílá sraženina                      | bílá sraženina                  | černá sraženina   | bílá sraženina                      | ×                                 | 5            |