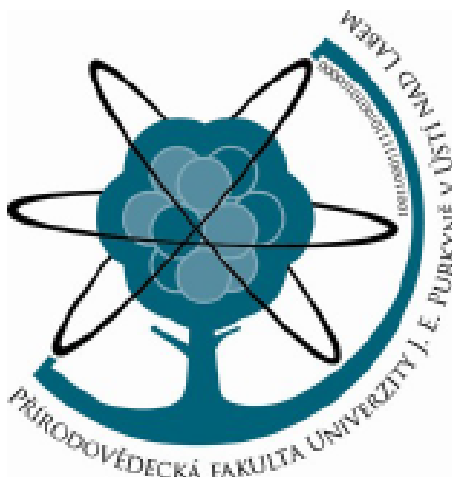


Univerzita Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem

Přírodovědecká fakulta



Studijní opora pro kombinované bakalářské studium

LABORATORNÍ CVIČENÍ Z ANALYTICKÉ CHEMIE

Cílem předmětu je praktické ověření teoretických znalostí získaných v rámci výuky předmětu Analytická chemie. V průběhu cvičení se studenti seznámí se základními technikami pro kvalitativní analýzu - identifikaci kationtů a aniontů, důkazovými reakcemi pro určení elementárního složení organických látek. Na tuto část navazuje kvantitativní blok, věnovaný různým variantám odměrné analýzy a gravimetrii.

Obsah 1. bloku:

Důkazové reakce kationtů, plamenové zkoušky

Důkazové reakce aniontů

Elementární analýza organických látek

Obsah 2. Bloku

Odměrná analýza – acidimetrie, alkalimetrie, argentometrie, chelatometrie, manganometrie

Gravimetrie

Povinná literatura:

VOLKA, K., a kol *Analytická chemie I a II*. Praha, VŠCHT, 1997.

MERMET, J. M. *Analytical Chemistry: A modern Approach to Analytical Science*. New York, Wiley 2004.

GASPARIČ, J. *Úvod do fyzikální chemie a fyzikálně-chemických metod*. 1. vyd. Hradec Králové: Gaudeamus, 1998.

DILTS, RV. *Analytical Chemistry*. 3rd ed. New York : Van Nostrand Co., 2001.

KOLSKÁ, Z. *Analytická chemie, část I*, UJEP 2008.

REJNEK, J. *Analytická chemie, část II*, UJEP 2008.

ŠRÁMEK, KOSINA, L. *Analytická chemie*. Olomouc: FIN, 1996.

VOHLÍDAL, J. *Chemické a analytické tabulky*. Praha: GRADA, 1999.

Doporučená literatura:

Návody do cvičení zveřejněné na stránkách Katedry chemie PřF UJEP v Ústí nad Labem

LABORATORNÍ PROTOKOLY:

- ve formátu A4 psané na počítači podle dané předlohy.
- Budou obsahovat popis úlohy, harmonogram pokusu a výsledky.
- Vypracování otázek a úkolů bude vřazeno přímo do textu na vhodném místě.
- laboratorní protokoly se vypracovávají podle dané předlohy do zadaného termínu vypracování úlohy, po opravě se odevzdávají do týdne, v případě nedodržení termínů je úloha neuznána a opakuje se celá ve zkouškovém období

Zápočet bude udělen za odevzdání protokolů, které budou odpovídat kvalitativně úrovni studentů vysoké školy.

Předloha laboratorního protokolu:

Katedra chemie, Přírodovědecká fakulta, Univerzita J. E. Purkyně v Ústí nad Labem		
Chemická analýza (laboratorní cvičení z chemické analýzy)		
Jméno a příjmení:		Datum:
Ročník:	Obor:	Typ studia:
Číslo úlohy:	Název úlohy:	
Odevzdáno:		Kontrola:

Použité chemikálie: název, vzorec, čistota, koncentrace, výrobce, popř. země původu

Přístrojové vybavení: typ, výrobce, země původu

Pomůcky: veškeré použité laboratorní sklo apod.

Teorie: princip úlohy, chemická rovnice apod.

Postup práce:

Nákres aparatury: volitelně, pokud byla nějaká používána

Naměřené hodnoty: úlohy, při kterých jsou získávány hodnoty, budou tyto odečtené údaje uvedeny v protokolu s takovou přesností, s jakou byly zjišťovány. Pokud budou naměřeny hodnoty, které by byly vyloučeny statistickým zpracováním, je nutné toto měření zopakovat (platí pro titrace)

Výpočty: veškeré výpočty, použité k dosažení výsledku. Během výpočtů nezaokrouhlujeme

Výsledky: v případě opakovaného měření bude uvedena průměrná hodnota včetně směrodatné odchylky.

Závěr a diskuze: co bylo zjištěno (výsledek zkoumání) eventuálně zda se poznatek shoduje s předpokladem nebo ne a proč tomu tak je.

CVIČENÍ č.1 REAKCE KATIONTŮ SE SKUPINOVÝMI ČINIDLY

Literatura: Beneš P. a kol.: Cvičení z chemie pro III. ročník gymnázií, SPN Praha, 1986, str. 67

Pomůcky: zkumavky, kapátka, stříčky

Chemikálie: ↗ 1% roztok AgNO_3

↗ 5% roztoky následujících kationtů: Pb^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Ca^{2+}

↗ roztoky následujících činidel: 10% Na_2CO_3 , 10% Na_2HPO_4 , 5% K_2CrO_4 , 5% $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 5% KI , 5% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

Postup: Do malé zkumavky vlijte vždy asi $0,5\text{--}1\text{ cm}^3$ roztoku příslušného kationtu a pomalu přikapávejte činidlo. Sledujte vznik sraženiny v reakční směsi. Dále pozorujte chování sraženiny v nadbytku rozpouštědla, případně za vyšší teploty. Výsledky zaznamenejte.

	Na_2CO_3	Na_2HPO_4	K_2CrO_4	$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	KI	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
Ag^+						
Pb^{2+}						
Cu^{2+}						
Cd^{2+}						
Ni^{2+}						
Fe^{2+}						
Fe^{3+}						
Mn^{2+}						
Al^{3+}						
Cr^{3+}						
Ca^{2+}						

Úkoly:

1. Do tabulky zaznamenejte vzorce, barvy a chování sraženin. Uveďte rovněž jejich pK_s
2. Zapište iontové rovnice všech provedených sraženin. Vysvětlete rovněž případné časové či teplotní změny sraženin.
3. U všech redoxních reakcí uvedených v tabulce napište příslušné poloreakce a jejich E^0 .

CVIČENÍ č.2 NESPECIFICKÉ DŮKAZY KATIONTŮ

Literatura: Beneš P. a kol.: Chemicko-biologická praktika pro 8. ročník ZŠ, SPN Praha, 1983

Pomůcky: tečkovací destičky, filtrační papír, kapátka

Chemikálie:

↻ roztoky činidel: 10% Na₂S, 20% NaOH, 10% NH₃, 10% Na₂CO₃, 10% K₂CrO₄

↻ 5% roztoky kationtů: Cu²⁺, Ni²⁺, Fe²⁺, Fe³⁺, Cr³⁺, Bi³⁺, Cd²⁺, Zn²⁺, Mg²⁺

↻ 1% roztok AgNO₃

Postup práce:

1. Na tečkovací destičku nakápněte po kapce roztoku daného kationtu a přikápněte kapku roztoku činidla, dle tabulky. Pozorujte vznik sraženin. Bílé sraženiny porovnávejte proti tmavému podkladu, barevné sraženiny proti světlému podkladu (list filtračního papíru).
2. Na list filtračního papíru překreslete obdobnou tabulku, jako je uvedena níže. Tam, kde vzniká **barevná** sraženina, (viz bod 1. postupu), proveďte tuto reakci na filtračním papíře tak, že do příslušných políček kápněte nejprve kapičku roztoku kationtu a pak přikápněte kapičku roztoku příslušného činidla. Filtrační papír s barevnými políčky uschovejte a přiložte jako *corpus delicti* k vypracovanému protokolu.

	Na ₂ S	NaOH	NH ₃ (aq)	Na ₂ CO ₃	K ₂ CrO ₄
Ag ⁺					
Cu ²⁺					
Ni ²⁺					
Fe ²⁺					
Fe ³⁺					
Cr ³⁺					
Bi ³⁺					
Cd ²⁺					
Zn ²⁺					
Mg ²⁺					

Úkoly:

1. Do přehledné tabulky запиšte vzorce, vzhled a případné změny sraženin.
2. Uveďte hodnoty pK_s příslušných sraženin.
3. U sraženiny hydroxidu nikelnatého vypočítejte koncentraci Ni²⁺ iontů v roztoku nad sraženinou.

CVIČENÍ č.3 ROZLIŠENÍ BEZBARVÝCH ROZTOKŮ DUSIČNANŮ

Literatura: Beneš P. a kol.: Chemicko-biologická praktika pro 8.ročník ZŠ, SPN Praha 1983, s.66

Pomůcky: tečkovací destička, kapátka

Chemikálie:

↻ očíslované roztoky dusičnanů v neznámém pořadí (zinečnatý, vápenatý, stříbrný, olovnatý)

↻ roztoky činidel: 20% NaOH, 10% Na₂CO₃, 1% Na₂S, popř. sulfanová voda (připravená zaváděním sirovodíku do vody), 10% Na₂HPO₄

Pracovní postup:

1. Proveďte na tečkovací destičce reakce jednotlivých vzorků s roztoky činidel, která máte k dispozici. Zaznamenejte do tabulky průběh reakce. Nezapomeňte ani na časové či teplotní změny vzniklých sraženin.
2. Na základě svých dosavadních znalostí o reakcích kationtů a pozorování určete, jaký dusičnan obsahoval ten který vzorek.

Vzorek číslo:	Reakce s příslušným činidlem				Vzorek obsahoval:
	Na ₂ S	NaOH	Na ₂ CO ₃	Na ₂ HPO ₄	
zkumavka 1					
zkumavka 2					
zkumavka 3					
zkumavka 4					

Úkoly:

1. Zhodnoťte výsledek analýzy. Určete pořadí jednotlivých dusičnanů ve vzorku, jež vám byl předložen a doplňte tabulku.
2. Zapište chemickými rovnicemi všechny prováděné reakce.
3. Vypočítejte koncentraci stříbrných kationtů ve 150 ml 5% roztoku AgNO₃ o $\rho = 1,02 \text{ g.cm}^{-3}$.
4. Uveďte praktické použití dusičnanu stříbrného:
 - a) v analytické chemii,
 - b) v běžném životě.
5. Proč jsou dusičnany obsažené ve vodě nebezpečné zejména pro kojence?

CVIČENÍ č.4 DŮKAZY PRVKŮ BLOKU s DLE ZBARVENÍ PLAMENE

Pomůcky: rozprašovač (tj. zmlžovač, kahan, kompresor), platinový drátek s očkem, přímohledný spektroskop, tabulka spektrálních čar

Chemikálie: ↗ 10% roztok kyseliny chlorovodíkové

↗ dusičnany nebo chloridy Li^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}

Postup práce:

1. Platinový drátek vyčistěte opakovaným ponořením do HCl (**POZOR NA VYPRSKNUTÍ KYSELINY** při ponořování rozžhaveného drátku!!!) a vyžháním v plameni kahanu. Drátek je čistý, jestliže nijak nezabarvuje plamen, do kterého je vsunut. Několik krystalků pevného vzorku naberte na očko na konci drátku a vložte do vnějšího okraje nsvítivé části plamene.
2. Sestavte rozprašovač ze zmlžovače, kompresoru a kahanu. Ve zmlžovači rozprášené roztoky solí prvků bloku s vhnějte do nsvítivého plamene kahanu. Až se zbarvení plamene ustálí, pozorujte jej přímohledným spektroskopem. Po práci s každým vzorkem je třeba promýt celé zařízení vodou tak dlouho, dokud se plamen nezabarvuje. **Upozornění:** Při měření spektrálních čar nesmíte mít v digestoři rozsvícenou osvětlovací zářivku, protože jinak byste naměřili spektrum světla zářivky. Při pozorování spektra draselné soli použijte rovněž kobaltové sklo, přes které se podíváte na barvu plamene.

Tab. 1: ZBARVENÍ PLAMENE SOLEMI PRVKŮ BLOKU s

s - prvek:	Li	Na	K	Ca	Sr	Ba
barva						

Tab. 2: NEJVÝZNAMNĚJŠÍ SPEKTRÁLNÍ ČÁRY PRVKŮ BLOKU s

vlnová				
délka	700 nm	600 nm	500 nm	400nm
Li				
Na				
K				
Ca				
Sr				
Ba				

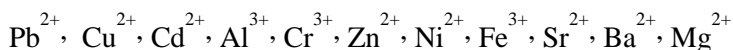
Úkoly:

1. Do tabulky Tab. 1 запиšte probíhající barevné důkazy.
2. Barevnými pastelkami označte pozorované spektrální čáry v Tab. 2. Uveďte jejich vlnovou délku a barvu. Porovnejte umístění spektrálních čar s tabelovanými hodnotami, které si rovněž neopomenete uvést do laboratorního protokolu.
3. Vysvětlete pozorovaný jev. Proč prvky bloku s barví plamen a jaké děje při tom probíhají? Jaký je rozdíl ve vzniku spektra prvků skupiny s^1 a s^2 ?
4. Vysvětlete význam použití kobaltového skla při identifikaci barvy plamene u draselných solí.
5. Zapište je do tabulky. Vyhledejte v literatuře, jak barví plamen sloučeniny rubidia, cesia, thalia, jednomocné a dvojmocné mědi.

CVIČENÍ č. 5 SPECIFICKÉ REAKCE VYBRANÝCH KATIONTŮ

Úvodem: Sražecí reakce kationtů pomocí anorganických činidel se sice výborně hodí pro rozdělování kationtů do tříd, ale jen zřídka jsou typické právě pro ten který kation. Nejsou tedy specifické. Například pomocí HCl vám vznikne sraženina neznámého kationtu, ale vy už nemůžete poznat, zda šlo o kation stříbrný, rtuťný, nebo olovnatý. Tento nedostatek odstraňují právě specifická činidla. Jsou to organické sloučeniny, které se chovají jako polydonorový ligand a se sledovaným kationtem vytvářejí sloučeniny typu chelátů nebo iontových asociátů. Většinou jsou prakticky nerozpustné ve vodě, navíc značně selektivní, čehož se využívá nejen v analýze kvalitativní, ale i v kvantitativní, například v gravimetrii.

Chemikálie: ↗ roztoky těchto kationtů:



↗ roztoky činidel dle tabulky. Údaje o jejich přípravě a rozpustnosti vyhledejte v kartotéce, která je k dispozici v laboratoři

Pomůcky: malé zkumavky

Pracovní postup: Ve zkumavkách proveďte specifické reakce podle tabulky a zaznamenejte vznikající barevné reakce. Rozlište, zde jde o sraženinu nebo roztok. Svá pozorování uveďte do tabulky. V případě reakce vodného roztoku olovnatých kationtů s chloroformovým roztokem dithizonu si uvědomte, že jde o dvě nemísitelné složky a ke směsi je tedy nakonec třeba přidat ještě několik ml ethanolu, s nímž jsou obě rozpouštědla mísitelná, a celou směs opatrně ve zkumavce protřepat. Pak teprve pozorujte barevnou změnu.

Pozn.: Je potřeba dodržet pH apod. Před zahájením prací je nutné si doma dohledat reakční podmínky, vyplnit do návodu a teprve pak dělat experimenty.

kation:	příslušné specifické činidlo	Reakční podmínky	proběhnuvší barevná reakce
Pb^{2+}	dithizon (1% roztok v CHCl_3)		
Cu^{2+}	kupron		
Cd^{2+}	difenyلكarbazid + CH_3COONa		
Al^{3+}	alizarin		
Cr^{3+}	difenyلكarbazid		
Zn^{2+}	červená krevní sůl		
Ni^{2+}	dimethylglyoxim (=Čugajevovo činidlo)		
Fe^{3+}	kupferon		
	kyselina salicylová		
Sr^{2+}	kyselina rhodizonová		
Ba^{2+}	kyselina rhodizonová + H^+		
Mg^{2+}	magneson		

Úkoly:

1. Vysvětlete chemickou podstatu chelátů a iontových asociátů.
2. Vysvětlete, co znamená chromoformní a auxochromní skupina.
3. Zapište reakci Čugajevova činidla (dimethylglyoxim) s nikelnatými kationty.
4. Vyhledejte v literatuře a uveďte alespoň nějaké vzorce specifických činidel.

CVIČENÍ č.6 DĚLENÍ ANIONTŮ DO TŘÍD SKUPINOVÝMI REAKCEMI

Literatura: Čermáková L. a kol.: Analytická chemie pro SPŠCH, SNTL, Praha 1980

Pomůcky: tečkovací destička, kapátka, případně kahan a zkumavky

Chemikálie:

↗ 5 % roztoky těchto aniontů: SO_4^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , SCN^- , X^- (halogenidy), $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, NO_3^- , S^{2-} , ClO_3^- ,

(POZOR! Musí se jednat o soli, jejichž kationtem bude alkalický kov či NH_4^+)

↗ roztoky činidel: 5% $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, 2% AgNO_3

Pracovní postup:

1. Tečkovací destičku umístěte na tmavý podklad, protože vznikající sraženiny budou vesměs bílé.
2. Důkaz proveďte orientačně nejprve na tečkovací destičce tak, že ke kapičce roztoku zkoumaného aniontu přikápnete činidlo.
3. Důkazy proveďte ve zkumavkách. Pracujte cca s 1 ml roztoku vzorku a 1 ml roztoku činidla. Sledujte nejen barvu sraženiny ale i způsob a čas, jakým vzniká, jak se chová po delším stání, popřípadě po zahřátí.

anion:	DUSIČNAN BARNATÝ		DUSIČNAN STŘÍBRNÝ	
	sraženina	chování sraženiny	sraženina	chování sraženiny
SO_4^{2-}				
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$				
CO_3^{2-}				
SCN^-				
Cl^-				
Br^-				
I^-				
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$				
NO_3^-				
S^{2-}				
ClO_3^-				

Úkoly a závěry:

1. Do tabulky запиšte vzorec, barvu a případné časové či tepelné změny sraženin.
2. Zapište chemickými rovnicemi provedené chemické reakce.
3. Rozdělte na základě provedených reakcí anionty do analytických tříd.
4. Studium příslušné literatury vyhledejte také ostatní anionty patřící do té které třídy a uveďte do protokolu jejich přehled, včetně rozdělení do tříd.

CVIČENÍ č.7 DŮKAZOVÉ REAKCE NĚKTERÝCH ANIONTŮ

Literatura: Čermáková L. a kol.: Analytická chemie 1 pro SPŠCH, SNTL, Praha 1980

Pomůcky: tečkovací destička, malé zkumavky, kapátka, filtr. papír

Chemikálie:

↗ 5% AgNO_3 , 5% FeCl_3 , 5% $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, NaNO_2 (POZOR JED!), 10% HCl , nasyc.roztok nitroprusidu sodného, 5% kyselina octová 1:3, chloroform

↗ roztoky příslušných dokazovaných aniontů.

Postup práce:

1. Na tečkovací destičce, nebo v malé zkumavce proveďte důkazovou reakci podle návodu. K malé kapce dokazovaného aniontu přidejte vždy malou kapku příslušného činidla.
2. Reakci důkladně pozorujte, i po určitém čase a zaznamenejte průběh reakce, barvu, časové, případně tepelné změny atd... .

Poznámka: V praxi jsou zde níže uváděné důkazy aniontů často nespecifické, neboť důkazovou reakci toho kterého aniontu může jiný aniont rušit a potom je nutné provést nejprve separaci nebo maskování rušivého aniontu. V laboratorním cvičení budeme ale pro zjednodušení pracovat s chemickými individuí a čistými látkami.

a) **Důkaz SO_4^{2-}**

K roztoku vzorku obsahujícího sírany přikápněte roztok $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Pozorujte!

b) **Důkaz $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$**

K roztoku thiosíranu přidejte kapku roztoku AgNO_3 . Pozorujte!

c) **Důkaz CO_3^{2-}**

K roztoku uhličitanu přikápněte zředěnou kyselinu (př. HCl). Pozorujte!

d) **Důkazy CrO_4^{2-} a $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$**

K roztoku chromanu a dichromanu přikápněte roztok stříbrných iontů. Zjistěte rozpustnost vznikající sraženiny v zředěné HCl nebo v 10% roztoku amoniaku.

e) **Důkaz Cl^-**

K roztoku chloridů přidejte trochu AgNO_3 , dokud vzniká sraženina. Tuto rozpustíte v 10% roztoku amoniaku. K tomuto amoniakálnímu roztoku přidejte zředěnou HNO_3 až se opět vyloučí AgCl .

f) **Důkaz I^-**

5 kapek vzorku obsahujícího jodidy okyselíme kyselinou octovou zředěnou v poměru 1:3 a povaříme. Po ochlazení roztoku přidáme 5 kapek chloroformu a 5 kapek 5% NaNO_2 . Protřepejte.

g) **Důkaz S^{2-}**

5 kapek vzorku obsahujícího sulfidy zalkalizujeme 20% NaOH . Potom přidáme asi kapku **čerstvě připraveného** 1% roztoku nitroprusidu sodného.

h) **Důkaz NO_3^-**

K 10 kapkám roztoku dusičnanu přidejte 10 kapek čerstvě připraveného roztoku FeSO_4 nebo jiné železnaté soli. Potom opatrně po stěně přikapávejte asi 10 kapek koncentrované H_2SO_4 .

Úkoly a závěry:

1. U každého důkazu zaznamenejte průběh reakce a princip důkazu.
2. Všechny proběhlé děje dokumentujte chemickými rovnicemi. Nezapomeňte ani na případnou změnu charakteru či vzhledu sraženiny v závislosti na čase.
3. Vyhledejte v literatuře údaje o tom, které anionty ruší vámi prováděné důkazy aniontů a tyto rušivé anionty uveďte do laboratorního protokolu ke každému aniontu dokazovanému.

CVIČENÍ č.8 ANALÝZA NEZNÁMÉHO VZORKU

Pomůcky: veškeré dostupné materiální vybavení, kapkovací destičky, zkumavky, kahan, spektroskop, mlžovač...

Chemikálie: ↗ veškeré dostupné roztoky reagensů

Pracovní postup:

Využijte veškerých svých znalostí (pokud je snad nějakou fatální shodou okolností náhodou nemáte, doporučuji urychleně i je doplnit), popřípadě vyhledejte v literatuře postup, kterým budete postupovat ke zjištění složení neznámých vzorků.

Upozornění: Pro zjednodušení vaší práce jsou všechny neznámé vzorky chemickými individui, čistou látkou, nebude tedy zapotřebí žádných separačních metod.

Postupujte podle tohoto rámcového návodu:

1. Zjištění rozpustnosti vzorku. Podmínkou Vaší práce je převedení neznámého vzorku do roztoku (tzv. analýza na mokré cestě).

Ke zkouškám rozpustnosti nepoužívejte celý vzorek!!! Protože např. rozpouštění s kyselinou změní původní aniont vzorku! Upozorňuji, že další množství vzorku pro analýzu již nedostanete.

Rozpouštědla používejte v vzestupné řadě, další rozpouštědlo jen tehdy, jestliže se vzorek nerozpustil v předcházejícím!

řada rozpouštědel: studená voda, horká voda, zředěná HCl, koncentrovaná HCl, zředěná HNO₃, koncentrovaná HNO₃, lučavka královská., alkalické tavení.

Rozpouštědlo vzorku č.1:	
Rozpouštědlo vzorku č.2:	
Rozpouštědlo vzorku č.3:	
Rozpouštědlo vzorku č.4:	

2. Skupinovými nebo specifickými reakcemi za použití anorganických nebo organických činidel dokažte kation obsažený ve vzorku. Důkaz proveďte raději dvěma na sobě nezávislými reakcemi, neboť mnohé kationty reagují podobně.

	Dokázaný kation:	
vzorek č.1	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný kation:	
vzorek č.2	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný kation:	
vzorek č.3	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný kation:	
vzorek č.4	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	

3. Důkazovými reakcemi určete nejprve třídu a pak samotný dokazovaný anion.

	Dokázaný anion:	
vzorek č.1	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný anion:	
vzorek č.2	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný anion:	
vzorek č.3	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	
	Dokázaný anion:	
vzorek č.4	Důkazní činidlo:	
	Důkazová reakce:	

4. Nezapomeňte případně ani na pH vodných roztoků vašich vzorků a na jejich plamenové reakce.

Úkoly a závěry:

1. Uveďte složení jednotlivých neznámých vzorků.
2. Rovnicemi dokumentujte všechny provedené chemické reakce a logický postup, kterým jste postupovali při analýze. Celá analýza musí být podle vašeho postupu reprodukovatelná.
3. O analyzovaných látkách uveďte z literatury vyhledané fyzikální a chemické veličiny. Navrhněte způsoby jejich přípravy a výroby.

CVIČENÍ č.9 ELEMENTÁRNÍ ANALÝZA ORGANICKÝCH LÁTEK

Literatura: Čermáková L. a kol.: Analytická chemie 1 pro SPŠCH SNTL, Praha 1980

a) DŮKAZ UHLÍKU A VODÍKU

Chemikálie: sacharosa, CuO, bezvodý CuSO₄, vápenná nebo barytová voda.

Pomůcky: 2 zkumavky, skelná vata, pinzeta, třecí miska s tloučkem, L -trubice, vrtané zátky, stojan, kahan

Pracovní postup:

1. Do stojanu upevníme vodorovně zkumavku. Na její dno vpravíme trošku směsi sacharosy a CuO v poměru asi 1:2. Zhruba do poloviny vodorovné zkumavky dáme trošku bezvodé modré skalice. Lehce utěsníme skelnou vatou a zkumavku uzavřeme zátkou s trubičkou, která vede do zkumavky naplněné čerstvou vápennou nebo barytovou vodou.
2. Po sestavení aparatury pozvolna zahříváme směs sacharosy s CuO. Až budou důkazy patrné, přerušte zahřívání a ihned vyndejte zátku s trubičkou z vodorovné zkumavky.

Výsledky:

1. Zaznamenejte všechny probíhající děje. Zapište je chemickými rovnicemi.
2. Co je principem důkazu obou prvků?
3. Vysvětlete úlohu CuO při reakci.

Poznámka: V praxi se obvykle důkaz uhlíku a vodíku neprovádí, protože každá organická sloučenina uhlík obsahuje a vodík je až na určité výjimky (př. CCl₄) také obsažen téměř v každé látce. Nicméně to, že se tento důkaz prakticky neprovádí neznamená, že vy si ho z cvičných důvodů neprovedete.

b) DŮKAZ KYSLÍKU

Chemikálie: 0,005%-ní roztok jódu v benzenu (=činidlo), chloroform, ethanol, případně toluen (místo karcinogenního benzenu).

Pomůcky: sada zkumavek

Princip důkazu: Jód se rozpouští v bezkyslíkatých organických rozpouštědlech za vzniku fialově zbarvených roztoků, kdežto v kyslíkatých rozpouštědlech vznikají roztoky hnědé.

DŮKAZOVÉ REAKCE NA KYSLÍK - BAREVNÉ ZMĚNY			
množství	zkumavka č.1	zkumavka č.2	zkumavka č.3
1 ml	činidlo	činidlo	činidlo
1 ml	benzen (toluen)	ethanol	chloroform
barva směsi:			

Úkoly a závěry:

1. Vysvětlete pozorovaný jev.
2. Vyhledejte v literatuře, co je principem tzv. ferroxové zkoušky na kyslík. Uveďte rovněž do protokolu.
3. Pokuste se sami odvodit závěr: přítomnost kterých prvků ruší tuto zkoušku?
4. Lékařský chloroform je stabilizován 2% ethanolu (proto nelze chloroform použít jako zástupce bezkyslíkatých látek). Jaký význam má tento obsah ethanolu v chloroformu?

c) DŮKAZ DUSÍKU V ORGANICKÝCH LÁTKÁCH

Chemikálie: vzorek organické látky obsahující dusík (např. bílkovina kasein), natronové vápno, koncentrovaná HCl

Pomůcky: fenolftaleinový papírek, nebo UIP, zkumavka, kahan, držáky, stojan, skleněná tyčka

Postup práce:

1. Do stojanu upevněte zkumavku otvorem šikmo vzhůru. Na dno zkumavky vpravte trochu směsi, kterou získáte rozetřením kaseinu (nebo jiné organické látky obsahující dusík) se třemi díly natronového vápna. Zkumavka musí být suchá z obou stran. Vpravovaná směs by Vám neměla ulpět na stěnách zkumavky.
2. Zkumavku opatrně zahřívejte plamenem kahanu.
3. K ústí zkumavky přiložte ovlhčený fenolftaleinový papírek, nebo ovlhčený UIP.
4. K ústí zkumavky přiložte skleněnou tyčku smočenou v koncentrované kyselině chlorovodíkové. Pozorujte!

Úkoly a závěry:

1. Co je principem důkazu?
2. Zapište rovnici barevnou změnu fenolftaleinu.
3. Vyhledejte v literatuře, co je principem Lassaigueovy zkoušky dusíku a uveďte do protokolu.
4. Kolik dusíku se uvolní při explozi 20 kilotun trinitrotoluenu (TNT, tritol)? Jaký objem zaujme toto množství při teplotě teplotě exploze 1800 °C a tlaku 150 Mpa?

d) BEILSTEINOVA ZKOUŠKA HALOGENŮ

Chemikálie: chlorderivát (např. dichlorbenzen), bromderivát (např. bromoform), jodderivát (např. jodoform), koncentrovaná HNO₃

Pomůcky: měděná spirála, nebo měděný drát, kahan

Postup práce:

1. Měděný drátek na konci kladívkem vytepejte v malou lopatičku. Ještě lepší však je na jeho konci zavinout malou spirálku.
2. Takto upravený konec ponořte do koncentrované kyseliny dusičné a pak žíhejte v oxidační části plamene kahanu, dokud se plamen nebarví už ani zeleně ani žlutě.
3. Na takto zoxidovanou část drátku se nabere asi 2 mg zkoumaného vzorku a spirálku se vzorkem zasuňte do nesvítivé části plamene kahanu.

Úkoly a závěry:

1. Vysvětlíte pozorovaný jev.
2. Který z halogenů tato zkouška dokazuje?
3. Zjistíte v literatuře i jiné metody důkazu halogenů vázaného v organických sloučeninách.
4. Komerčně používané inhalační narkotikum NARCOTHAN (v anglosaských zemích FLUOTHAN) obsahuje jako účinnou složku halothan, což je 1,1,1-trifluor-2-brom-2-chlorethan. V organismu se halogeny metabolizují na halogenidy draslíku, které odcházejí močí. Jakou dávku Narcothanu potřeboval pacient k narkóze, jestliže v jeho moči bylo zachyceno 2,78 g bromidu draselného?

CVIČENÍ č.10 KOMPLEXNÍ ANALÝZA ORGANICKÉ LÁTKY - 1.část

Literatura: Veselý M., Kubini E., Bartíková O.: Analytická chemie pro 2.r SPŠCH, SNTL, Praha 1972

Chemikálie:

↗ dle návodů pro jednotlivé zkoušky

↗ čtyři vzorky obsahující neznámou organickou látku

Pomůcky: dle návodů pro jednotlivé zkoušky

Poznámka: Pro zjednodušení je celý postup analýzy organického vzorku, zejména pak rozdělení do skupin rozpustnosti a důkazové reakce jednotlivých funkčních skupin výrazně zkrácen a zestručněn. Zájemci o kompletní systém analýzy jej naleznou v citované literatuře.

Pracovní postup:

Při důkazu neznámé organické látky, která je chemickým individuem postupujeme takto:

1. Popis vnějšího vzhledu:

Všimněte si zejména skupenství látky. U látek pevných popište podrobněji vzhled (krystalická, jemnozrnná, hrubozrnná, prášková, kusová...), u kapalných látek si všimněte rovněž viskozity, těkavosti, světlolomnosti... Popište barvu všech čtyřech vzorků, eventuálně jejich případnou vůni či zápach. Vše zaznamenejte do tabulky:

vzorek č.:	vlastnosti:	skupenství:	barva:	zápach:
1.				
2.				
3.				
4.				

2. Elementární analýza:

Podrobnosti viz předcházející cvičení.

3. Stanovení pH:

a) Zkouška kongo červení (Red-kongo)

Kousek filtračního papíru napojte roztokem kongočerveně. Na takto upravený filtrační papír naneste krystalek zkoumané látky trochu ovlhčený vodou, nebo kapku kapalného vzorku. Důkazem silné kyseliny je modré zbarvení indikátoru.

b) Zkouška univerzálním indikátorem

Na univerzální indikátorový papírek (UIP) ovlhčený vodou naneste krystal zkoumané látky, nebo kapku roztoku. Odečtěte pH podle barevné stupnice.

4. Stanovení skupiny rozpustnosti:

Stejně jako látky anorganické, lze i organické látky rozdělit do různých skupin podle jejich rozpustnosti v různých rozpouštědlech:

SKUPINA:	ROZPUSTNOST LÁTKY V RŮZNÝCH ROZPOUŠTĚDLECH
S1	rozpustná ve vodě, rozpustná v etheru
S2	rozpustná ve vodě, nerozpustná v etheru
A2	nerozpustná ve vodě, rozpustná v 2,5 M NaOH
M	nerozpustná ve vodě, rozpustná v konc.H ₂ SO ₄
I	nerozpustná ani v jednom z uvedených rozpouštědel

Postup při určení skupiny rozpustnosti:

Asi 0,1 g pevné látky, jemně rozetřené, nebo 0,5 ml kapalné látky protřepávejte asi s 3 ml rozpouštědla po dobu 1 minuty. Rozpustí-li se látka úplně, je v daném rozpouštědle rozpustná, rozpustí-li se byť jen částečně, pokládáme ji za nerozpustnou. Zkoušku rozpustnosti provedeme vždy nejprve s vodou a dále postupujeme podle systému. **POZOR!** Pro další rozpouštědlo použijeme vždy výchozí látky, nikoliv tedy například roztok látky ve vodě. Zjištěnou třídu rozpustnosti doplníme do tabulky:

vzorek č.:	třída rozpustnosti:	rozpustnost:
1.		
2.		
3.		
4.		

Podle rozpustnosti přináležejí organické látky do tříd takto:

TABULKA ORGANICKÝCH LÁTEK DLE ROZPUSTNOSTI (upraveno a zkráceno)	
<u>TŘÍDA ROZPUSTNOSTI:</u>	<u>SKUPINA ORGANICKÝCH LÁTEK</u>
S1	nižší karboxylové jednosytné kyseliny, aldehydy a ketony, nižší alifatické estery, nižší alifatické anhydridy, alkoholy, vícesytné fenoly
S2	vícesytné kyseliny, hydroxykyseliny, vícesytné alkoholy...
A2	výšemolekulární mastné kyseliny, fenoly a naftoly ...
M	nitroderiváty uhlovodíků, azo- a diazosloučeniny...
I	parafiny a cykloparafiny, jednoduché aromatické uhlovodíky, některé bicyklické sloučeniny... .

5. Klasifikační důkazové reakce:

Umožňují identifikovat funkční skupinu, případně skupiny obsažené v molekule dané organické látky. Tyto reakce mohou dát pouze přibližný přehled o identitě té které látky. (Poznáme např. že jde o nízkomolekulární alkohol, ale nevíme, zda o ethanol, propanol, atd...) Konkrétní identifikace neznámé organické látky se pak provádí metodami fyzikálními a fyzikálně chemickými (měření indexu lomu, molární hmotnosti...)

(Provedení viz následující cvičení)

KOMPLEXNÍ ANALÝZA ORGANICKÉ LÁTKY - 2.část

KLASIFIKAČNÍ DŮKAZOVÉ REAKCE

Literatura: Veselý M., Kubini E., Bartíková O.: Analytická chemie pro 2.r.SPŠCH, SNTL, Praha 1972
Kolský V.: Analytická chemie I., skriptum PF UJEP Ústí nad Labem, 1981.

Chemikálie a pomůcky: ↗ budou specifikovány u jednotlivých důkazů

Úkol: Pomocí jednotlivých klasifikačních reakcí identifikujte neznámou organickou látku.

1. DŮKAZ UHLOVODÍKŮ

Prakticky se neprovádí. Důkaz je zřejmý už z elementárního složení studované látky. V případě uhlovodíků jsou zkoušky na všechny prvky, s výjimkou uhlíku a vodíku, negativní.

2. DŮKAZ ALKOHOLŮ (Xantogenanová reakce)

Do suché zkumavky dejte asi 0,5 ml vzorku a přidejte 1 pecičku tuhého KOH. Směs mírně zahřívejte, do úplného rozpuštění KOH. Obsah zkumavky potom ochlaďte a přidejte 1 ml etheru. Pak přikapávejte sirouhlík asi 0,5 ml dokud nevznikne žlutá sraženina xantogenanu. K takto připravenému roztoku přidejte posléze trochu 10% roztoku CuSO_4 .

Poznámka: Pozitivní reakci v této xantogenanové zkoušce poskytují pouze primární a sekundární alkoholy.

3. DŮKAZ FENOLŮ (Liebermannova reakce)

Principem důkazu je vznik intenzivně zbarvených indofenolů, které fenoly poskytují reakcí s kyselinou dusíkatou.

Pracovní postup: Připravíme 5% roztok NaNO_2 v koncentrované kyselině sírové. K několika krystalkům nebo kapce zkoumané látky ve zkumavce přidáme asi 0,5 ml konc. H_2SO_4 a 2 ml výše zmíněného roztoku NaNO_2 . Po proběhnutí barevné reakce zřed'te obsah zkumavky opatrně vodou. Pozorujte!

Poznámka: Liebermannovu reakci neposkytují *p*-substituované fenoly a nitrofenoly.

↗ Spolehlivou důkazovou reakcí fenolů je také vznik barevných komplexů reakcí s FeCl_3 . Za tímto účelem přilijte k roztoku příslušného fenolu trochu 5% vodného roztoku FeCl_3 . Vznikající barevný komplex je typickou důkazovou reakcí.

4. DŮKAZ KETONŮ (Legalova reakce)

Čerstvě připravíme 0,5% vodný roztok nitroprusidu sodného. 1 ml tohoto činidla přidejte k několika ml studované látky ve zkumavce. Celou směs mírně zalkalizujte roztokem NaOH. Vznikne nestálé zbarvení, které se změní přidávkem kyseliny octové.

Poznámka: Legalovu reakci poskytují pouze ketony těchto struktur: $\text{R-CO-CH}_2\text{-R}'$, R-CO-CH_3 , $\text{R-CO-CH}_2\text{-CO-R}'$.

(α -diketony a ketoalkoholy reagují i s Tollensovým a Fehlingovým činidlem.)

5. DŮKAZ ALDEHYDŮ

Provádí se reakcí s **Tollensovým**, **Fehlingovým**, nebo **Schiffovým** činidlem. Tyto reakce jsou Vám notoricky známé, proto zde nebudou podrobněji diskutovány a případné "informační mezery" si doplňte studiem příslušné literatury.

6. DŮKAZ KARBOXYLOVÝCH KYSELIN

Dostatečně spolehlivým důkazem karboxylových kyselin je určení jejich pH. Případně se provádí jejich převedení na estery, které je možné identifikovat podle ovocné vůně, která je zvlášť patrná po neutralizaci reakční směsí roztokem NaHCO_3 . (Viz. preparativní organická chemie).

7. DŮKAZ AMINŮ

Čerstvě připravíme 1% roztok nitroprusidu sodného ve vodě. Do zkumavky vpravíme 1 až 2 kapky zkoumaného aminu a 5 ml vody. Přidá se 1 ml acetonu a 1 kapka roztoku nitroprusidu. Vzniká červenofialové zbarvení.

Poznámka: Zkouška probíhá pozitivně jen pro primární alkylaminy.

8. DŮKAZ NITROSLOUČENIN (Nitrolová reakce)

K 5 kapkám nitrosloucheniny přidejte 2 ml 10% NaOH a nechte směs 3 minuty stát. Pak přidejte 1 ml 10% vodného roztoku NaNO_2 a po kapkách okyselujte 10% H_2SO_4 . Vznikne tmavočervené zbarvení, které po přílišném okyselení mizí, objeví se ovšem po opětovném zalkalizování.

Poznámka: Sekundární nitroderiváty dávají zbarvení modrozelené, které je stále i při okyselení.

Výsledky a závěry:

1. Proved'te s neznámým organickým vzorkem všechny možné operace, které připadají v úvahu, aby jste byli schopni určit alespoň zařazení látky do skupiny.
2. Všechna pozorování pečlivě zapisujte.
3. Dopln'te "identifikační kartu" Vašich sloučenin daných jako vzorky.

„IDENTIFIKAČNÍ KARTA“ VZORKU č. 1	
skupenství:	
vzhled:	
pH samotné látky či jejího roztoku:	
elementární složení:	
třída rozpustnosti:	
charakteristická skupina:	
pravděpodobný název vzorku:	

„IDENTIFIKAČNÍ KARTA“ VZORKU č. 2	
skupenství:	
vzhled:	
pH samotné látky či jejího roztoku:	
elementární složení:	
třída rozpustnosti:	
charakteristická skupina:	
pravděpodobný název vzorku:	

„IDENTIFIKAČNÍ KARTA“ VZORKU č. 3	
skupenství:	
vzhled:	
pH samotné látky či jejího roztoku:	
elementární složení:	
třída rozpustnosti:	
charakteristická skupina:	
pravděpodobný název vzorku:	

„IDENTIFIKAČNÍ KARTA“ VZORKU č. 4	
skupenství:	
vzhled:	
pH samotné látky či jejího roztoku:	
elementární složení:	
třída rozpustnosti:	
charakteristická skupina:	
pravděpodobný název vzorku:	

- Podrobně запиšte všechny prováděné operace. Všechny použité chemické reakce dokumentujte chemickými rovnicemi.
- Určete procentové zastoupení jednotlivých prvků ve vašem vzorku.
- Navrhněte způsoby přípravy a výroby "vaší" sloučeniny.
- Vyhledejte v literatuře, která skupina organických sloučenin se dokazuje ninhydrinem a запиšte jeho vzorec.

CVIČENÍ č.11 KVALITATIVNÍ ANALÝZA NĚKTERÝCH PLYNŮ

Literatura: Sokolov V.A.: Analýza plynů, SNTL, Praha 1963

Pomůcky: zkumavky, kádinky, vyvíjecí aparatury na plyn, tlakové plynové láhve,

Chemikálie: budou upřesněny při každém z důkazů

a) DŮKAZ KYSLÍKU

Připravte čerstvě roztok pyrokatechinu (pyrokatechol) a neoxidovaného síranu železnatého. Tímto roztokem veďte plyn obsahující kyslík, nebo čistý kyslík z tlakové láhve. Zaznamenejte barevnou reakci.

b) DŮKAZ OXIDU UHLIČITÉHO

Připravte nasycený roztok hydroxidu barnatého a zfiltrujte jej tak, aby vám vznikl bezbarvý, průzračný roztok. Do takto připraveného roztoku zavádějte oxid uhličitý. Pozorujte změny a jejich intenzitu. Místo hydroxidu barnatého můžete použít rovněž čerstvě připravené zfiltrované vápenné vody.

c) DŮKAZ CHLÓRU

Připravte asi 10% roztok bromidu draselného, nebo bromidu sodného. Tímto roztokem veďte chlór. Zaznamenejte barevnou změnu a její intenzitu.

Poznámka: Tento důkaz provádějte výhradně v digestoři!!! Nebezpečné výpary!!!

d) DŮKAZ SIROVODÍKU

1. Připravte si asi 20% roztok octanu olovnatého. Filtrační papír nastříhejte na proužky veliké asi jako indikátorový papírek. Tyto proužky nechte nasytit roztokem octanu olovnatého. Ještě vlhké přiložte k unikajícímu sulfanu. Zaznamenejte barevnou změnu.
2. Čerstvě připravte alkalický roztok nitroprusidu sodného. Tj. k asi 5% vodnému roztoku nitroprusidu sodného přidejte pecičku hydroxidu sodného. Do tohoto roztoku zavádějte sulfan a pozorujte barevnou reakci.

Poznámka: Pracujte v digestoři!!! Sirovodík je téměř tak jedovatý jako kyanovodík!!!

e) DŮKAZ OXIDU SIŘIČITÉHO:

1. Připravte asi 10% roztok dusičnanu rtuťnatého (POZOR JED!) Nastříhané filtrační papírky impregnujte tímto roztokem. Takto upravený papírek přidržíte u unikajícího oxidu siřičitého. Pozorujte barevnou změnu.
2. Druhý důkaz je analogický s důkazem sulfanu (ad 2. bod postupu při důkazu sulfanu)

Poznámka: Pracujte v digestoři!!! Nebezpečný dusivý plyn!!!

f) DŮKAZ HALOGENOVODÍKU

Připravte si roztok dusičnanu stříbrného (cca 1%). Do kádinky nalijte nasycený roztok nějakého halogenovodíku. Postačí např. koncentrovaná kyselina chlorovodíková. Skleněnou tyčku omočíme v roztoku dusičnanu stříbrného a omočenou přidržíme nad kádinkou s halogenovodíkovou kyselinou. Pozorujte změnu.

g) DŮKAZ OXIDŮ DUSÍKU

1. Připravte si oxid dusnatý a oxid dusičitý. Pokud nevíte jak, vzpomeňte si na preparativní anorganickou chemii.
2. Připravíme si činidlo: **1.roztok:** 0,5 g kyseliny sulfanilové rozpustíme ve 150 ml 10%-ní kyseliny octové. **2.roztok:** se získá rozpuštěním 0,1 g α -naftylaminu ve 20 ml vody. Těsně před použitím oba roztoky smícháme v poměru 1:1. Tímto roztokem necháme probublávat postupně oba oxidy dusíku.

Úkoly a závěry:

1. Vysvětlete chemickou podstatu každého důkazu.
2. Všechny prováděné chemické reakce запиšte rovnicemi.
3. Jaký objem oxidu siřičitého se vyrobí pražením 10 tun pyritu, při teplotě 800°C za normálního tlaku.
4. Uveďte všechny možné způsoby přípravy výše dokazovaných plynů, které připadají v úvahu ve školní praxi.
5. Jakým způsobem dokážete uhlovodíky.
6. Ve třech označených zkumavkách máte n-hexan, cyklohexan a benzen. Jak rychle rozlišíte, který je který?
7. Vypište si přehled plynných uhlovodíků.

CVIČENÍ č.12 PŘÍPRAVA ODMĚRNÉHO ROZTOKU HCl O PŘESNÉ KONCENTRACI

Literatura: Kolský V.: Laboratorní technika, PF UJEP Ústí nad Labem, 1983
Beneš P. a kol.: Cvičení z chemie pro 1.ročník gymnázií, SPN Praha, 1984

Pomůcky: ↗ pyknometr, případně hustoměry, válec na měření hustoty, 2 odměrné baňky, pipety, kádinka, stojan, byrety, kahan, síťka

Chemikálie: ↗ kyselina chlorovodíková p.a., destilovaná voda, 0,1% roztok methylované v H₂O, NaHCO₃

Úvodem: Řada důležitých chemických činidel potřebných v kvantitativní analýze nejsou stále a jejich složení je proměnlivé. Např. HCl snadno "dýmá" a tím snižuje svoji koncentraci. NaOH naopak zase navlhá a tím zvyšuje svoji hmotnost a při vážení tak dochází k hromadění chyb. Proto se přesná koncentrace takovýchto látek určuje titrací na tzv. **standard**. To je látka obvykle pevná, neměnného složení pomocí níž se pak určuje přepočtem přesná koncentrace žádané látky.

Postup práce:

1. Pomocí hustoměru nebo pyknometricky stanovte orientačně hustotu kyseliny chlorovodíkové. (Návod viz Laboratorní technika).
2. V analytických tabulkách nalezněte hmotnostní zlomek odpovídající vámi změřené hustotě.
3. Vypočítejte objem x% HCl potřebný k přípravě 1 dm³ odměrného roztoku HCl o $c = 1 \text{ mol.dm}^{-3}$.
4. Do litrové odměrné baňky nalijte asi 150 ml destilované vody a k tomuto množství napipetujte vypočtený objem HCl potřebný k přípravě roztoku.
5. Po ochlazení doplňte roztok po rysku destilovanou vodou.
6. Odměrnou baňku uzátkujte a několikerým převrácením promíchejte její obsah.
7. Navažte **přesně** asi 2 g NaHCO₃ a to s přesností na 4 desetinná místa. Važte diferenčně!
8. Navážku NaHCO₃ spláchněte do kádinky objemu 250 ml a rozpustěte ji asi ve 100 ml destilované vody. Roztok **kvantitativně** převeděte do 250 ml odměrné baňky. Tj. vypláchněte znovu čistou destilovanou vodou kádinku, kde jste rozpouštěli navážku, stejně jako vypláchněte nálevku a toto vše vlijte do odměrné baňky 250 ml. Uzavřete baňku zátkou a promíchejte.
9. Do titrační baňky odpipetujte přesně 20 ml roztoku NaHCO₃. Přidejte 3 kapky indikátoru methylované.
10. Byretu naplňte roztokem HCl o $c = 1 \text{ mol.dm}^{-3}$ a titrujte jím roztok v titrační baňce až do prvního oranžového zbarvení. **Dodržujte přitom správné zásady titrování!**
11. Jakmile se roztok oranžově zbarví, směs v titrační baňce zahřejte k varu, čímž vypudíte rozpuštěný CO₂.
12. Roztok dotitrujte HCl až k trvale oranžovému zbarvení.
13. Zaznamenejte pečlivě spotřebu HCl.
14. **Celou titrační proceduru zopakujte ještě dvakrát!!!**
15. Ze tří spotřeb roztoku HCl vypočítejte průměr a jemu odpovídající přesnou koncentraci HCl (tzv.**titr**), kterou budete potřebovat v dalších úlohách.
16. Odměrnou baňku s roztokem HCl označte jménem, přesnou koncentrací, dobře ji uzátkujte a uschovejte pro další cvičení.

Úkoly a závěry:

1. Výpočet přesné koncentrace HCl
2. Příprava a výpočet roztoku HCl o $c = 1 \text{ mol.dm}^{-3}$
3. Příprava a výpočet roztoku methylované.
4. Tabulka všech tabelovaných, experimentálních a vypočtených hodnot.
5. Pokuste se alespoň přibližně zakreslit tvar titrační křivky titrace kyseliny chlorovodíkové roztokem NaHCO₃. Kde leží bod ekvivalence? Jak tuto skutečnost vysvětlíte?
6. Roztok HCl o $c = 0,01 \text{ mmol.cm}^{-3}$ má hustotu $\rho = 1,01 \text{ g.cm}^{-3}$. Určete jeho hmotnostní zlomek!

CVIČENÍ č.13 PŘÍPRAVA ODMĚRNÉHO ROZTOKU NaOH O PŘESNÉ KONCENTRACI

Literatura: Kolský V.: Laboratorní technika, PF UJEP, Ústí nad Labem, 1983

Pomůcky: ⚖ váhy, váženka, lžička, nálevka, dvě odměrné baňky, pipeta, byreta

Chemikálie: ⚗ HCl o $c = 1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$, NaOH, 0,2% roztok methylčerveně v 60% ethanolu, destilovaná voda

Pracovní postup:

1. V uzavřené váženke odvažte 20 g NaOH, co možná nejpřesněji na 4 desetinná místa. Hydroxid neroztírejte! Nechte pecičky!
2. Navážku stříčkou spláchněte z váženky do 250 ml kádinky, přidejte trochu destilované vody a hydroxid rozpustěte.
3. Roztok přelijte nálevkou do odměrné baňky 500 ml, vypláchněte do ní kádinku i nálevku trochou destilované vody. Po ochlazení doplňte baňku destilovanou vodou po rysku.
4. Baňku uzavřete zátkou a několikerým převrácením promíchejte.
5. Připravte si orientační škálu roztoků methylčerveně v různých prostředích:
Do tří titračních baněk odpipetujte 30 ml destilované vody a do každé z nich dejte 4 kapky roztoku methylčerveně. Nakonec do první baňky přidejte několik kapek roztoku kyseliny, a do třetí baňky několik kapek roztoku hydroxidu. Při titraci srovnávejte titrované roztoky s barvou srovnávací škály.
6. Do titrační baňky odpipetujte 20 ml roztoku hydroxidu sodného o přibližné koncentraci $1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$. Přidejte několik kapek indikátoru methylčerveně.
7. Do byrety nalijte roztok HCl přesné koncentrace (viz předchozí úloha) a jím titrujte roztok NaOH v titrační baňce. Důkladně promíchejte.
8. Zaznamenejte spotřebu HCl v okamžiku, kdy první kapka HCl navíc vyvolá barevnou změnu indikátoru.
9. **Celou titraci ještě dvakrát opakujte!!!**
10. Ze tří spotřeb HCl vypočítejte průměr a na základě něho stanovte titr roztoku NaOH.
11. Odměrnou baňku s NaOH uzátkujte, popište, udejte přesnou koncentraci a uschovejte.

Úkoly a závěry:

1. Výpočet přípravy roztoku NaOH
2. Vypočítejte přesnou koncentraci roztoku NaOH
3. Vysvětlete použití indikátoru methylčerveně (proč nelze v tomto případě použít methyloranž)
4. Jaké další indikátory by bylo možné použít pro tento druh acidobazické titrace.
5. Pokuste se znázornit titrační křivku této titrace, označte bod ekvivalence a vysvětlete tuto skutečnost.
6. Kolik chloridu sodného vznikne při této titraci po přidání 5 ml odměrného roztoku HCl?

CVIČENÍ č.14 ACIDOBAZICKÁ TITRACE NEZNÁMÝCH VZORKŮ

Pomůcky: ↗ pipety, byrety, kádinky

Chemikálie: ↗ odměrný roztok HCl přesné koncentrace, odměrný roztok NaOH přesné koncentrace, vzorek KOH neznámé koncentrace, vzorek HNO₃ neznámé koncentrace, 0,2% roztok methylčerveně v 60% ethanolu.

Obecné zásady:

1. Není-li to výslovně uvedeno, do byrety **nikdy nenalévejte roztoky zásad**. Naleptávají zábrusy a způsobují "zamrznutí" kohoutů.
2. Každou titraci provádějte **tříkrát**. První stanovení bude orientační (přibližná spotřeba), další dvě titrace jsou už přesné, "na ostro". Při dosazování objemu do rovnic potom použijte průměru těchto tří spotřeb, popřípadě průměru jenom posledních dvou spotřeb, jestliže vám první titrace "ujede".
3. Pipetu ani byretu **nikdy nevyfukujte**, jsou kalibrovány na dolití.
4. Titrace je ukončena, jakmile první kapka roztoku z byrety způsobí změnu barvy indikátoru.
5. Před každou titrací byretu propláchněte nejprve destilovanou vodou a potom roztokem, kterým se bude titrovat.

Pracovní postup:

1. Do titrační baňky nalijeme roztok hydroxidu. Buď tedy roztok KOH o neznámé koncentraci, nebo odměrný roztok NaOH o přesně známé koncentraci.
2. Přidáme 4 kapky indikátoru methylčerveně.
3. Titrujeme příslušnou kyselinou (buď HCl přesné koncentrace, nebo HNO₃ neznámé koncentrace) až do barevného přechodu.
4. Každou titraci ještě dvakrát zopakujeme.
5. Povolená chyba činí 5%! Při vyšší chybě jste měřili nepřesně a bude třeba titraci zopakovat.

	neznámý roztok KOH	neznámý roztok HNO ₃
V ₁ odměr.roztoku:		
V ₂ odměr.roztoku:		
V ₃ odměr.roztoku:		
průměrná spotřeba:		
c neznámého vzorku:		
ρ neznámého vzorku:		
w neznámého vzorku:		

Úkoly a závěry:

1. Doplňte tabulku.
2. Uveďte všechny výpočty, jak roztoků, tak titrací.
3. Zaznamenejte výsledek včetně směrodatné odchylky průměru, například $c = 1,005 \pm 0,003 \text{ mol/l}$, to vše na správný počet platných číslic (obdobně u všech kvantitativních analýz).
4. Přehledně uveďte všechny tabelované, vypočtené a experimentální hodnoty.
5. Vysvětlete pojmy: *titrační křivka, bod ekvivalence, titr*

CVIČENÍ č.15 STANOVENÍ CaCO_3 VE VZORKU HORNINY

ZPĚTNOU TITRACÍ

Literatura: Vacík J. a kol.: Chemie pro I.ročník gymnázií, SPN Praha, 1984.

Pomůcky: ⚖ analytické váhy, lžička, hodinové sklo, nálevka, pipety, byreta, azbestová síťka, kahan, stojan

Chemikálie: ⚗ vzorek horniny obsahující CaCO_3 , roztok HCl o přesné koncentraci, roztok NaOH přesné koncentrace, 0,1% vodný roztok methyloranže.

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách odvažte **přesně na 4 desetinná místa** asi 0,5 g vzorku horniny obsahující CaCO_3 .
2. Vzorek nasypete do kádinky a odpipetujte k němu přesně 16 ml roztoku HCl o přesné koncentraci.
3. Kádinku přikryjte hodinovým sklem a na azbestové síťce zahřívejte mírným plamenem, dokud budou unikat bublinky plynu.

POZOR! Roztok se NESMÍ vařit!!!

4. Po ochlazení roztoku na laboratorní teplotu k němu přidejte několik kapek roztoku methyloranže a titrujte odměrným roztokem NaOH až do objevení se barevné změny indikátoru.
5. Celý postup ještě dvakrát zopakujte, přičemž použijte vždy novou navážku horniny.

Úkoly a závěry:

1. Do tabulky doplňte údaje o hmotnosti vzorku a o objemu odměrného roztoku
1. NaOH potřebného k titraci nezreagované HCl .
2. Na základě určení množství roztoku HCl , který byl spotřebován při reakci s
3. CaCO_3 vypočítejte hmotnost **čistého** uhličitanu vápenatého obsaženého ve vzorku. Údaj doplňte do tabulky.
4. Vypočítejte hmotnostní podíl (v%) uhličitanu vápenatého ve vzorku vápencové horniny. Tento údaj rovněž doplňte do tabulky.

č.	m vzorku (g)	V NaOH (ml)	m CaCO_3 (g)	w CaCO_3 (%)
1.				
2.				
3.				
aritmetický průměr m a w				

5. Chemickými rovnicemi popište všechny probíhající chemické děje.
6. Vysvětlete a definujte tyto pojmy:
 - a) vápenec
 - b) vápno
 - c) kalcit
 - d) aragonit
7. Objašněte význam zahřívání roztoku v bodě 3 pracovního postupu. Proč se roztok nesmí vařit?

CVIČENÍ č.16 ALKALIMETRICKÉ STANOVENÍ CH₃COOH

V PRODEJNÉM OCTĚ

Literatura: Adamkovič E., Šramko T., Liška O.: Analytická chemie pro 4. ročník gymnázií, SNTL, Praha 1989.

Pomůcky: ↗ odměrné baňky 100 ml, kádinky, pipety, byreta, analytické váhy, uzavíratelná váženka

Chemikálie: ↗ prodejný ocet, odměrný roztok NaOH přesné koncentrace, 1% roztok fenolftaleinu v 60% ethanolu

Postup práce:

1. Vypočítejte objem vzorku octa (prodejný ocet je 8%), který je potřeba na přípravu 100 ml zásobního roztoku o přibližné koncentraci CH₃COOH $c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$.
2. S přesností na 4 desetinná místa zvažte prázdnou suchou váženku s víčkem.
3. Do zvážené váženky odpipetujte vypočítaný objem octa a váženku i s octem zvažte. Hmotnost navážky zaznamenejte do laboratorního sešitu.
4. Navážený vzorek octa kvantitativně převed'te do 100 ml odměrné baňky a doplňte destilovanou vodou po rysku. Utvoříte tak zásobní roztok octa.
5. Ze zásobního roztoku vzorku octa odpipetujte do tří titračních baněk vždy po 25 ml vzorku. Do každé baňky přikápněte 3 - 4 kapky roztoku fenolftaleinu.
6. Titrujte odměrným roztokem NaOH do právě červenofialového zabarvení.

Úkoly a závěry:

1. Doplňte do tabulky požadované údaje, podobně jako ve cvičení předešlém.

č.	m vzorku (g)	V NaOH (ml)	c CH ₃ COOH mol/l	w _{octa} %
1.				
2.				
3.				
aritmetické průměry c a w				

2. Zjistěte z tabulek všechny možné údaje o kyselině octové a uspořádejte je do přehledné tabulky.
3. Napište stručně postup průmyslové výroby octa.
4. Objasněte použití fenolftaleinu jako indikátoru. Proč se v tomto případě používá právě fenolftalein?
5. Chemické reakce zapište chemickými rovnicemi.
6. Chemickou rovnicí zapište rovněž barevnou změnu indikátoru fenolftaleinu.

CVIČENÍ č. 17 STANOVENÍ UHLIČITANU A HYDROXIDU VE SMĚSI PODLE WINKLERA

Literatura: Praktická část oblastního kola 33. ročníku CHO, kategorie A, E.

Pomůcky: ↗ titrační baňky, pipeta, byreta, kádinky, odměrný váleček, nálevka, stříčka a kahan.

Chemikálie: ↗ 0,1M roztok KHCO_3 přesné koncentrace, odměrný roztok HCl o koncentraci kolem $0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$, 10% roztok BaCl_2 , fenolftalein, methylovanž.

Úvodem: Stanovení podle Winklera umožňuje stanovit množství uhličitanu (sodného) a hydroxidu (sodného) ve společné směsi. V jednom alikvotním podílu se acidimetrickou titrací na methylovanž stanoví suma uhličitanu a hydroxidu. Ve druhém, stejně velkém podílu, se vysráží přidávkem roztoku BaCl_2 přítomný uhličitan jako BaCO_3 , ve vzniklé suspenzi se pak titruje odměrným roztokem HCl na fenolftalein pouze hydroxid. Z rozdílu obou spotřeb se pak vypočítá podíl uhličitanu.

Pracovní postup:

A. Standardizace odměrného roztoku HCl

Viz cvičení č. 15. Pokud máte ještě standardizovanou HCl , nařed'te ji na požadovanou koncentraci a s takto připravenou kyselinou pracujte.

B. Vlastní stanovení uhličitanu a hydroxidu ve směsi

1. 25 ml vzorku v odměrné baňce doplňte destilovanou vodou po rysku a důkladně promíchejte.
2. Do titrační baňky odpipetujte 25 ml takto připraveného zásobního roztoku, zřed'te na 50 ml a přidejte cca 3 kapky roztoku methylovanže.
3. Titrujte odměrným roztokem HCl do cibulově oranžového zbarvení. Spotřeba odpovídá sumě hydroxidu a uhličitanu ve vzorku.
4. Do druhé titrační baňky odpipetujte znovu 25 ml zásobního roztoku vzorku a přidejte 10 ml 10% BaCl_2 zneutralizovaného na fenolftalein.
5. Do celé směsi v titrační baňce přidejte ještě několik kapek roztoku fenolftaleinu a titrujte volný hydroxid ve směsi se sraženinou BaCO_3 do odbarvení suspenze. Během titrace nezapomeňte směs důkladně promíchat. Takto odečtená spotřeba potom odpovídá samotnému hydroxidu.

POZOR! Každou titraci provádějte celkem 3 x (překvapení?). Prováděné titrace popište rovnicemi a výsledek uveďte v miligramech Na_2CO_3 a NaOH v celém předloženém vzorku, tedy v 25 ml.

Výsledky a závěry:

1. Výsledné hmotnostní vyjádření převed'te na hmotnostní zlomek, molaritu a molalitu.
2. Vyhledejte v literatuře a popište, jak lze stanovit uhličitan a hydroxid ve směsi v jediném podílu - tzv. stanovení podle Wardera.
3. Popište a rovnicemi vysvětlíte stanovení uhličitanu a hydrogenuhličitanu ve směsi.
4. Vyhledejte pH přechodu použitých indikátorů, způsob jejich reakce a přípravy. Zapište do protokolu.

CVIČENÍ č.18 STANOVENÍ CHLORIDŮ V PŮDĚ ARGENTOMETRICKOU TITRACÍ

Literatura: Kozáková M., Holada K., Malaníková H.: Laboratorní technika pro 4. ročník gymnázií, SNTL, Praha 1988.

Pomůcky: ↗ titrační baňky, pipety, 10ml byreta, analytické váhy, 1ml pipeta dělená, 10ml nedělená, vakuový rychlofiltrátor

Chemikálie: ↗ odměrný roztok dusičnanu stříbrného o $c = 0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$, 5% roztok chromanu draselného jako indikátor, vysušený a rozmělněný vzorek půdy odebraný nejlépe v blízkosti frekventované silnice.

Úvodem: V rostlinném organismu patří chlor mezi stopové prvky, tzv. mikroelementy. Provádí-li se v zimě intenzivní solení silnic, které se dělá zejména chloridem vápenatým, může obsah chloru v půdě nebezpečně vzrůstat. Překročení jeho obsahu v půdě vede k poruchám ve výživě rostlin, zvláště těžce je zasažen metabolismus draslíku v rostlině. V extrémních případech, zvláště podél vozovek, může být koncentrace chloridů v půdě letální.

Pracovní postup:

A. Nejprve připravíme půdní výluh: Odvažte 10 g suchého a rozmělněného vzorku půdy. Nasypte ho do větší kuželové baňky, alespoň 250 ml a přidejte 100 ml destilované vody. Baňku uzátkejte a směs důkladně protřepávejte alespoň dvě minuty. Pak nechte suspenzi usadit. Roztok pokud možno přefiltrujte, nejlépe na vakuovém rychlofiltru.

B. Úprava pH půdního výluhu: Jelikož jako indikátor této srážecí titrace použijete chroman draselný, který je poměrně citlivý vůči pH, musí být reakce vzorku půdního výluhu před titrací upravena takto: pH-metrem nebo UIP změřte nejprve pH půdního výluhu. **POZOR!** Použijete-li pH-metru, nezapomeňte, že ho před použitím musíte nakalibrovat pomocí pufrů. Bližší návod viz Cvičení z fyzikální chemie. Potom změřte pH. Je-li:

- a) $\text{pH} = 6,5 - 10,5$, použijte vzorek bez dalších úprav přímo k argentometrické titraci.
- b) $\text{pH} < 6,5$, upravte jej přidáním KHCO_3 na požadované pH
- c) $\text{pH} > 10,5$, pak okyselte roztok nejprve několika kapkami HNO_3 a případně přílišnou kyselost upravte KHCO_3 na požadované pH.

C. Vlastní argentometrická titrace:

1. Připravte 100 ml odměrného roztoku AgNO_3 . Při navažování pracujte s přesností na 4 desetinná místa.
2. Připravte si tři titrační baňky. (Stanovení provedete jako obvykle třikrát). Do každé baňky odpipetujte 10 ml upraveného půdního výluhu a doplňte do každé baňky ještě 20 ml destilované vody.
3. Přidejte do každé baňky po 1 ml roztoku chromanu draselného jako indikátoru.
4. Pod titrační baňku podložte kousek filtračního papíru jako bílé pozadí. **Za stálého míchání** titrujte roztok v titrační baňce odměrným roztokem AgNO_3 z byrety. Je nanejvýš nutné, aby celá směs vířila a aby celá titrace proběhla poměrně rychle. **Ne ale na úkor přesnosti!!!**
6. Titraci ukončete, až v bílé suspenzi postřehnete červenohnědou sraženinu chromanu stříbrného. Toto první stanovení je orientační, další dvě už budou přesná.
7. Ze tří naměřených objemů vypočítejte průměrnou spotřebu a od této jako korekci na chybu indikátoru odečtete 0,06 ml.

Úkoly a výsledky:

1. Z průměrné korigované spotřeby odměrného roztoku AgNO_3 vypočítejte hmotnost Cl^- a výsledek vyjádřete v **mg/l** a v hmotnostních procentech.
2. Doplňte tabulku:

č.	pH vzorku	V vzorku (ml)	V AgNO ₃ (ml)	m Cl ⁻ ve vzorku(mg)
1.				
2.				
3.				
Průměr. V spotřeby AgNO₃:				
Korigovaná prům. spotřeba:				
Celková koncentrace Cl⁻ v půdě (mg/l):				
Celková koncentrace Cl⁻ v půdě (%):				

- Proč je zapotřebí, aby argentometrická titrace proběhla rychle?
- Vysvětlete funkci chromanu draselného jako indikátoru.
- Proč je pro správnou funkci indikátoru potřebné neutrální, nebo mírně zásadité prostředí? Dokumentujte tuto skutečnost chemickými rovnicemi.
- Argentometrické stanovení chloridů je metoda dosti subjektivní. Postřehnutí sraženiny může být u různých lidí různé. Navrhněte a popište způsob, jak celou metodu objektivizovat.
- Z jakého technologického procesu se dostávají Cl⁻ ionty do pitné vody. Znázorněte tento proces chemickými rovnicemi.

Poznámka: Není-li k dispozici půda nebo půdní vyluh, podobnou formou lze stanovení chloridů provést například v minerálních vodách, nebo určit obsah chloridů v pitné vodě.

CVIČENÍ č.19 STANOVENÍ JODIDU SODNÉHO VE VZORKU PODLE VOLHARDA

Literatura: Senov P.L.: Farmaceutická chemie. Státní zdravotnické nakladatelství, Praha 1954.

Pomůcky: byreta, pipeta, titrační baňky, kádinky, kapátka.

Chemikálie: vzorek obsahující jodid sodný (asi 5% roztok), 0,1M odměrný roztok dusičnanu stříbrného, 0,1M odměrný roztok rhodanidu amonného, kyselina dusičná koncentrovaná, 5% roztok síranu železitoamonného.

Úvodem: Stanovení podle Volharda je metodou zpětné titrace. Používá se v případech, kdy nelze halogenidy v kyselém prostředí titrovat podle Mohra nebo s použitím adsorpčních indikátorů. Při precizním provedení dává metoda velmi přesné výsledky. Spočívá v tom, že ke vzorku obsahujícím halogenidy se přidá zřejmý nadbytek titračního roztoku dusičnanu stříbrného a jeho zbylá část se retitruje roztokem rhodanidu amonného za použití železitých solí jako indikátoru.

Pracovní postup:

1. Do baňky se zabroušenou zátkou o objemu asi 100 ml odpipetujeme 10 ml vzorkového roztoku jodidu sodného. Přilejeme přesně 40 ml odměrného roztoku AgNO_3 přesně známé koncentrace. Asi po dobu 5 minut silně protřepáváme.
2. Když se vrstva tekutiny vyčechří (po protřepání musí chvíli ustát), přidáme 3 ml 5% roztoku kamence železitoamonného a 2 ml koncentrované kyseliny dusičné.
3. Směs titrujeme odměrným roztokem thiokyanatanu amonného o přesně známé koncentraci až k objevení se prvního oranžového zabarvení. Poté budeme dále pokračovat v titraci, ale už za stálého protřepávání roztoku, až zabarvení při třepání nemizí. Výsledky pečlivě zaznamenejte.

Výsledky a závěry:

1. Chemickými rovnicemi zaznamenejte průběh všech pozorovaných jevů.
2. Vysvětlete použití síranu železitoamonného jako indikátoru.
3. Doplňte tabulku:

č.	V (ml) NH_4SCN	n (mol) zreag. AgNO_3	w (%) NaI ve vzorku:
1.			
2.			
3.			
průměr:			

4. vyhledejte hodnoty pK_S nebo K_S všech vzniklých sraženin.
5. Vyhledejte v literatuře a vysvětlete funkci adsorpčních indikátorů při titraci.

CVIČENÍ č.20 STANOVENÍ OBSAHU VÁPNIKU VE VODĚ CHELATOMETRICKY

Literatura: Adamkovič E., Šramko T., Liška O.: Analytická chemie pro 4.ročník gymnázií, SNTL, Praha, 1989

Pomůcky: ↗ titrační baňky, pipety, byreta, analytické váhy, odměrné baňky

Chemikálie: ↗ * vzorek vody, např. pitná, přírodní, minerální... * chelaton 3 o $c = 0,02 \text{ mol.dm}^{-3}$, indikátor murexid (používá se 1%-ní tuhá směs s NaCl. Je připravena.),

NaOH, roztok o $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$

Úvodem: Obsah Ca^{2+} iontů ve vzorcích přírodních vod lze stanovit komplexometrickou (konkrétně chelatometrickou) titrací. Jako indikátor obsahu vápníku se používá murexid v zásaditém prostředí ($\text{pH} = 10 - 11$). Ca^{2+} vytváří s murexidem červeně zbarvený komplex. Při titraci s chelatonem 3 probíhá pak reakce



V bodě ekvivalence se všechny Ca^{2+} navážou s přidávaným chelatonem a vytvoří fialový chelát. Bod ekvivalence je tedy indikován změnou barvy z červené do fialové. Nepopírám, že tato změna je špatně patrná a vyžaduje vaši maximální pozornost.

Postup práce:

1. Do tří titračních baněk odpipetujte do každé 100 ml vzorku vody. (Nejlépe je použít minerálku s přesně známým obsahem vápníku. Bývá uveden na etiketě.) Do každé baňky přidejte lžičkou trochu murexidu.
2. Do každé baňky přilejte trochu roztoku NaOH tak, aby roztok získal červené zbarvení. To indikuje vznik komplexu mezi murexidem a Ca^{2+} .
3. Roztok vzorku s indikátorem titrujte připraveným odměrným roztokem chelatonu 3, až se následnou přidáním kapkou původně červený roztok zbarví právě do fialova.
4. První titrace je jako vždy orientační. Další dvě už jsou "na ostro".
5. Spotřeby roztoku chelatonu 3 zaznamenejte do tabulky, vypočítejte průměrnou spotřebu a určete hmotnost Ca^{2+} ve vzorku. Hmotnost vyjádřete v mg/l.

č.	V vzorku(ml)	V chelat.3 (ml)	mCa ²⁺ ve vz.(mg)	c _{Ca} (mg/l)
1.				
2.				
3.				
aritmetické průměry:				
Směrodatné odchylky průměru:				

Úkoly a závěry:

1. Doplňte tabulku!
2. Proč je nutné dodržet pH při stanovení?
3. Zapište kompletní chemickou rovnici reakce chelatonu 3 s Ca^{2+}
4. Pokuste se vysvětlit, jakými procesy se může dostat vápník do přírodních vodních zdrojů.
5. Objasněte, co je *přechodná* a *trvalá* tvrdost vody a jak se odstraňuje.
6. Definujte pojmy **iontoměnič**, **anex**, a **katex**.

CVIČENÍ č.21 PŘÍPRAVA A STANOVENÍ TITRU ODMĚRNÉHO ROZTOKU KMnO_4

Literatura: Beneš P.a kol.: Cvičení z chemie pro 3. ročník gymnázií, SPN Praha, 1986

Pomůcky: ↗ odměrná baňka, titrační baňka, byreta, analytické váhy, váženky, kádinka, nálevka

Chemikálie: ↗ KMnO_4 , 20% H_2SO_4 , MnSO_4

Pracovní postup:

Příprava roztoku manganistanu draselného:

1. S co možná největší přesností na 4 desetinná místa odvažte 0,7902 g manganistanu draselného.
2. Z váženky jej kvantitativně spláchněte stříčkou do kádinky objemu asi 150 ml a rozpustěte ve 100 ml vody. Nálevkou potom tento roztok nalijte do odměrné baňky objemu 250 ml. Kádinku i nálevku vypláchněte rovněž do této odměrné baňky.
3. Odměrnou baňku doplňte po rysku destilovanou vodou. Baňku uzavřete zátkou a obsah několikrát převrácením důkladně promíchejte.

Stanovení titru manganistanu draselného:

1. S přesností na 4 desetinná místa odvažte přesně asi 0,1 - 0,12 gramu dihydrátu kyseliny šťavelové (oxalová, ethandiová).
2. Navážku pečlivě zaznamenejte do laboratorního deníku a spláchněte ji do titrační baňky, kde ji rozpustěte v co možná nejmenším množství destilované vody. **POZOR! Charakteristické "praskání", které kyselina šťavelová vydává při rozpouštění je normálním jevem a nemusí Vás nikterak znepokojovat!**
3. Do titrační baňky s rozpouštěnou kyselinou šťavelovou přidejte 15 ml 20% kyseliny sírové a 0,1 g MnSO_4 .
4. Roztok v titrační baňce titrujte roztokem manganistanu draselného, až se roztok v titrační baňce právě obarví jedinou kapkou KMnO_4 trvale růžově. Objem spotřebovaného roztoku KMnO_4 zaznamenejte do LD.
5. Jak je dobrým zvykem, měření ještě dvakrát zopakujte!

Úkoly a závěry:

1. Z průměrných spotřeb kyseliny šťavelové vypočítejte přesnou koncentraci připraveného roztoku manganistanu draselného.
2. Do přehledné tabulky uveďte všechny experimentální i teoretické hodnoty.
3. Ve starší analytické literatuře se často složení roztoku neudává v molaritě, ale v tzv. **normalitě**. Patříčné údaje vyhledejte v literatuře a přepočítejte vámi naměřenou molární koncentraci na normalitu.
4. Chemickou rovnicí dokumentujte všechny probíhající chemické reakce.
5. Uveďte rovnice redukce manganistanových aniontů v:
 - a) kyselém prostředí
 - b) v neutrálním prostředí
 - c) v zásaditém prostředí

CVIČENÍ č.22 STANOVENÍ OXIDOVATELNOSTI PŘÍRODNÍCH VOD MANGANOMETRICKOU TITRACÍ

Literatura: Kolektiv autorů: Jednotné metody chemického rozboru vod, SNTL, Praha 1965

Pomůcky: ↗ varné baňky, titrační baňky, varné kuličky, pipety, byrety

Chemikálie: ↗ H_2SO_4 zředěná v poměru 1:2, Odměrný roztok manganistanu draselného o přesné koncentraci (Připravíte tak, že 10 ml roztoku $KMnO_4$ z předchozího cvičení napipetujete do 100ml odměrné baňky a doplňte destilovanou vodou po rysku). Odměrný roztok kyseliny šťavelové o přesné koncentraci 0,005 mol/l.

Úvodem: Se vzrůstajícím znečištěním vod vzrůstá množství různých látek, které lze oxidovat silnými oxidačními činidly, např. manganistanem draselným. Množství kyslíku, které je pak ekvivalentní spotřebě oxidačního činidla se označuje jako oxidovatelnost manganistanem. Vzhledem k velikosti hodnoty oxidovatelnosti je možné do jisté míry hodnotit obsah organických látek v příslušné vodě. Nejčastěji používanou metodou stanovení oxidovatelnosti je tzv. **Kubelova metoda**, pro kterou udává norma maximální oxidovatelnost 3 mg O_2/l . Určitou nevýhodou Kubelovy metody je, že maximální hodnota stanovení oxidovatelnosti je 100 mg O_2/l , což bývá u přírodních vod nezdědk překračováno.

Pracovní postup:

1. Do varné baňky s plochým dnem odpipetujte 100 ml vzorku vody a přidejte několik varných kuliček. (Používejte skleněné kuličky, nikoliv keramické střepy.) Do baňky dále odpipetujte 5 ml zředěné H_2SO_4 a 20 ml 0,002M $KMnO_4$ (použijete 10 krát zředěný roztok o přesné koncentraci z předchozího cvičení.)
2. Směs zahřívejte tak, aby do pěti minut přišla k varu.
3. Směs nechte 10 minut povařit. K ještě horkému roztoku přidejte 20 ml 0,005M kyseliny šťavelové. Roztok se odbarví.
4. Horkou směs titrujte zpětně manganistanem do růžového zbarvení. **POZOR! Během celé titrace nesmí teplota poklesnout pod 80°C. Doporučuji kontrolovat teploměrem!** S titrací zkoumaného vzorku zároveň provádějte kontrolní titraci slepého vzorku, kde místo 100 ml přírodní vody dáte jen 100 ml vody destilované (Ovšem včetně kyseliny sírové, manganistanu a kyseliny šťavelové.)
5. Celé stanovení zopakujte ještě dvakrát. Použijete-li jiného vzorku vody, pak i slepý pokus musíte opakovat. Při opakovaném měření je jinak možné slepý pokus už neprovádět.

UPOZORNĚNÍ: Dojde-li během varu k odbarvení či ke zhnědnutí roztoku ještě před přidáním kyseliny šťavelové, reakce se musí zopakovat, přičemž výchozí roztok přírodní vody je třeba zředit vodou destilovanou. Výsledky nad 12 ml nebo pod 4 ml už nejsou směrodatné a je nutné měření zopakovat s jiným množstvím přírodní vody ve vzorku.

Úkoly a závěry:

1. Vyplňte výslednou tabulku:

	1.měření	2.měření	3.měření	slepý pokus
V_1 (ml)				
n_1 (mmol)				
n_2 (mmol)				
n_3 (mmol)				
OX (mg O_2/l)				

Význam jednotlivých symbolů:

$V_1(\text{ml})$ je objem manganistanu draselného, kterým je titrována kyselina šťavelová přidávaná ke vzorku

$n_1(\text{mmol})$ je látkové množství "přebytečné" kyseliny šťavelové (určí se na základě spotřeby KMnO_4 při titraci)

$n_2(\text{mmol})$ je látkové množství kyseliny šťavelové, které zreagovalo ještě před titrací manganistanem

$n_3(\text{mmol})$ je látkové množství manganistanu draselného, které se spotřebovalo na oxidaci nečistot ve vodě. (určí se na základě n_2 zreagované kyseliny šťavelové)

OX (mgO_2/l) je oxidovatelnost přepočítaná na spotřebu kyslíku nutného k oxidaci nečistot ve vodě.

(určí se přepočtem ze zjištěného množství KMnO_4 spotřebovaného k oxidaci)

2. Zapište rovnicemi všechny probíhající chemické reakce.
3. Objasněte ekologický význam této veličiny.
4. Uveďte, které ionty mohou svoji přítomností zkreslovat výsledek měření.
5. Proč se vzorek musí vařit s KMnO_4 v přítomnosti kyseliny sírové? Proč je i během titrace třeba udržovat vysokou teplotu?

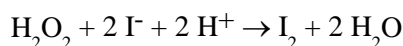
CVIČENÍ č.23 STANOVENÍ PERCENTUALITY PEROXIDU VODÍKU JODOMETRICKOU TITRACÍ

Literatura: Berka A., Feltl L., Němec I.: Příručka k praktiku z kvantitativní analytické chemie, SNTL, Praha 1985

Pomůcky: byreta, pipety, odměrné baňky, stojan s držáky, kádinky

Chemikálie: odměrný roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 10% KI, kyselina sírová o $c = 2 \text{ mol/l}$, 3% $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ molybdenanu amonného, škrobový maz jako indikátor.

Úvodem: Peroxid vodíku je látka velmi nestálá a snadno podléhající rozkladu. Přestože bývají k obchodním druhům peroxidu vodíku přidávány inhibitory rozkladu, nemůžeme zabránit postupnému poklesu koncentrace H_2O_2 v roztoku. Toto cvičení umožní stanovit jeho obsah. V kyselém prostředí reaguje peroxid vodíku s jódem podle rovnice:



Uvolněný jód se pak titruje roztokem thiosíranu sodného s použitím škrobového mazu jako indikátoru titrace.

Pracovní postup:

A. Příprava odměrného roztoku thiosíranu sodného:

Navažte s co největší přesností na 4 desetinná místa 6,2043 g pentahydrátu siřičitanu sodného. Toto množství kvantitativně převedte do kádinky objemu 150 ml a rozpusťte v asi 100 ml destilované vody. K tomuto roztoku přidejte ještě 0,05 g uhličitanu sodného jako stabilizátoru. Celý roztok kvantitativně přelijte do odměrné baňky 250 ml a doplňte destilovanou vodou po rysku. Přítomnost uhličitanu sodného jednak zpomaluje rozklad thiosíranu na hydrogensířičitan a jednak poutá měďnaté ionty, které tento rozklad katalyzují.

B. Příprava škrobového mazu jako indikátoru:

1 g rozpustného škrobu se po částech splachuje do vařící se vody objemu 250 ml. Před použitím proveďte kontrolní zkoušku funkčnosti indikátoru: s roztokem jódu musí indikátor zmodrat. K titracím se dávkuje na každých 100 ml titrovaného roztoku 10 ml škrobového mazu.

C. Vlastní jodometrická titrace:

- 10,00 ml asi 3% vzorku peroxidu vodíku odpipetujte do zábrusové Erlenmayerovy baňky obsahu 100 ml, doplňte vodou po značku a několikerým otočením promíchejte.
- Z takto připraveného roztoku odměřte 10,00 ml do zábrusové Erlenmayerovy. Tam dále přidejte 10 ml zředěné kyseliny sírové, 10 ml roztoku jodidu draselného a asi 3 - 4 kapky roztoku molybdenanu amonného jako katalyzátoru reakce. Baňka se ponechá asi 15 minut stát na tmavém místě.
- Po 15 minutách titrujte roztokem thiosíranu do slabě žlutého zabarvení.
- Přidejte do směsi 5 ml roztoku indikátoru. Směs se modře zbarví.
- Modré zabarvení dotitrujte thiosíranem do odbarvení.
- Celou titraci ještě dvakrát zopakujte.

Poznámka:

Jodometrickou titrací peroxidu vodíku neruší na rozdíl od titrace manganometrické přítomnost stabilizátorů, které bývají k obchodním druhům přidávány (močovina, acetanilid...)

Úkoly a závěry:

- Doplňte tabulku:

č.	V(ml) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	n (mol) zoxidovaného I_2	n(mol) H_2O_2	w (%) H_2O_2
----	---	-----------------------------------	-------------------------------	------------------------------

1.				
2.				
3.				
průměrné hodnoty:				

2. Určete percentualitu roztoku peroxidu vodíku.
3. Uveďte minimálně pět látek, které katalyzují rozklad peroxidu vodíku.
4. Uveďte, jakým způsobem rozkládají peroxid vodíku enzymy
 - a) kataláza
 - b) peroxidáza
5. Kolik kyslíku (v litrech) se uvolní rozkladem 100 ml 10%-ního peroxidu vodíku při tlaku 740 Torr a teplotě 90°C ?
6. Uveďte, proč se roztoku peroxidu vodíku používá k dezinfekci ran?

CVIČENÍ č. 24 STANOVENÍ MOČOVINY BORODINOVOU REAKCÍ

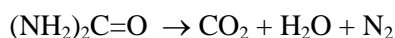
Literatura: Původní text

Chemikálie: ↗ hydroxid draselný, bróm, vzorek obsahující močovinu (např. lidská moč, uměle připravený neznámý vzorek močoviny atd...)

Pomůcky: ↗ aparatura pro vývoj plynu a jímání plynu nad vodou, kádinky, tyčinky, kalibrovaný odměrný válec, digestoř.

Úvodem: Vynikající ruský hudební skladatel Alexandr Porfyryjevič Borodin byl vlastním povoláním chemik. Vyučoval jako profesor chemie na Petrohradské lékařské akademii. Hudbě se věnoval jako svému koníčku a po celý život zůstal hudebně v podstatě samoukem. Přestože je obecně známý spíše jako autor opery „Kníže Igor“ či světoznámých „Poloveckých tanců“, jeho práce v oblasti chemie byly a jsou více považovány dodnes. Zatímco s komponováním svých děl mu pomáhal Nikolaj Andrejevič Rimskij-Korsakov, jeho práce ohledně kyselin wolframu či právě stanovení močoviny jsou práce původní a jeho vlastní.

Principem stanovení je oxidace močoviny alkalickým bromnanem, přičemž celý děj probíhá velmi ilustrativně podle schematu:



Oxid uhličitý je zachycen alkalickým bromnanem a zbývá tedy plynný dusík, který z aparatury uniká. Podle jeho objemu, korelovaného na teplotu a tlak, lze vypočítat množství močoviny obsažené ve vzorku.

Postup:

1. Sestavíme aparaturu na vývoj plynu. Plyn zavádějte nad vodou do kalibrovaného válce, ve kterém bude tolik vody, aby to umožňovalo přesné odečtení uvolněného plynu.
2. Připravte si čerstvý roztok alkalického bromnanu **velmi opatrným** vléváním bromu do 40%-ního (!!!) roztoku KOH. Brom se musí úplně rozpustit. V případě potřeby reakční směs chlaďte!
3. Do dělicí nálevky dejte roztok alkalického bromnanu a prikápávejte jej pomalu do frakční baňky s 20 ml vzorku obsahujícím močovinu. Vznikající plyn jímejte nad vodou do kalibrovaného odměrného válce. Od konečného objemu nezapomeňte odečíst objem přidávaného roztoku alkalického bromnanu.
4. Výsledky pečlivě zaznamenejte spolu s aktuální laboratorní teplotou a tlakem.
5. Měření ještě dvakrát zopakujte.

Otázky a úkoly:

1. Doplňte přehlednou tabulku:

č.	V (ml) uvolněného dusíku:	Obsah močoviny ve vzorku ($\text{mg}\cdot\text{cm}^{-3}$)
1.		
2.		
3.		
průměrná hodnota:		
Tlak vzduchu (kPa):		
Teplota v laboratoři ($^{\circ}\text{C}$):		

2. Chemickými rovnicemi запиšte všechny provedené chemické reakce.
3. Jakými metabolickými procesy vzniká v organismu močovina?
4. Vypočítejte procentové zastoupení jednotlivých prvků v močovině.
5. Objasněte v čem spočívá výhoda využití alkalického bromnanu jako oxidačního činidla v této reakci?

CVIČENÍ č.25 SEPARACE BARVIV TENKOVVRSTEVNOU CHROMATOGRAPHIÍ

Literatura: Původní text.

Pomůcky: ↗ Silufol, kapiláry, chromatografická kolona, obyčejná tužka, fixy (nejlépe hnědá, černá, tmavomodrá)

Chemikálie: ↗ ethanol

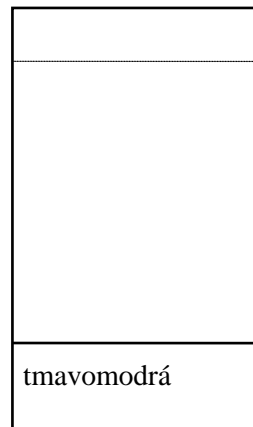
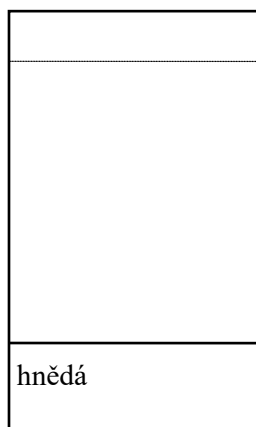
Úvodem: V obchodě prodávané fixy obsahují obvykle směsi barviv, která jsou dobře rozpustná v ethanolu. Molekuly barviv jsou různě prostorově uspořádány, popřípadě mají různý chemický charakter, proto je možné je za pomoci chromatografie na tenké vrstvě silikagelu (Silufol) oddělit.

Pracovní postup:

1. Do chromatografické komory vlijte asi do 1 cm výšky ethanol. Chromatografickou kolonu uzavřete a nechte minimálně 10 minut sytit parami ethanolu.
2. Mezitím si připravte tenkou vrstvu. Silufol rozstříhnete na čtyři pruhy.
3. Asi 2 cm od okraje nekreslete fixou čáru. Pozor! Čára musí být nepřerušovaná a nesmí porušit povrch tenké vrstvy. Kreslete jen zlehka, fixa tenkou vrstvu "proleptává" až k hliníkovému podkladu.
4. Silufolové proužky s barevnou čarou vložte do chromatografické kolony. Barevná čára nesmí být ponořená do rozpouštědla!
5. Nechte chromatogram vyvíjet tak dlouho, dokud čelo mobilní fáze nedostoupí asi 1 cm před horní konec silufolového pruhu. Jakmile tak učiní, chromatogram vyjměte a tužkou označte čelo mobilní fáze stejně tak jako rozhraní mezi jednotlivými barvami.
6. Chromatogramy přiložte k laboratornímu protokolu.

Úkoly a závěry:

1. Chromatogram vyhodnoťte pro jednotlivé barvy (hnědá, černá, tmavomodrá.)



2. Pokuste se stanovit retenční faktory R_F jednotlivých složek.
3. Objasněte, proč se účinkem rozpouštědla na tenké vrstvě barviva od sebe oddělí.
4. Objasněte rozdíl mezi barvivem a pigmentem.

CVIČENÍ č.26 CHROMATOGRÁFIE AZOBARVIV NA TENKÉ VRSTVĚ

Literatura: Původní text.

Pomůcky: ↗ Silufol, nůžky, chromatografická kolona, kapilárky, obyčejná tužka, nanášecí šablona

Chemikálie: ↗ * benzen jako mobilní fáze

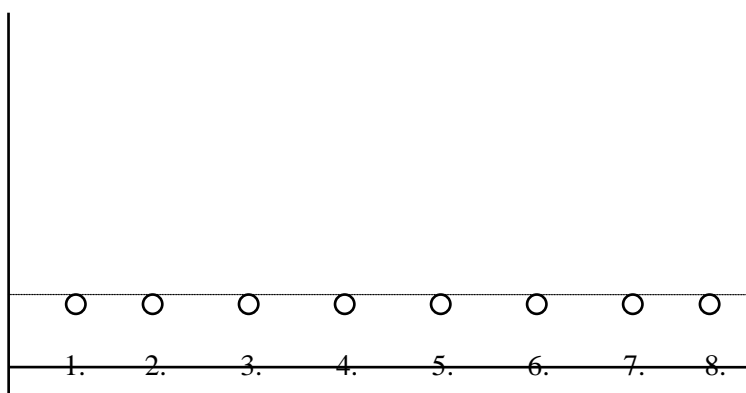
* azobarviva: Sudan III, azobenzen, máslová žluť, sulfonazo III, dithizon, PAN(pyridyl-2-azonaftol), Nitri-benzol-azo-resorcin(NBAR) - paleta použitých azobarviv se řídí aktuálními možnostmi jejich výběru

Úvodem: Cílem vaší práce bude stanovit, která azobarviva obsahuje váš vzorek, který tvoří směs azobarviv. Všechna azobarviva jsou dobře rozpustná v benzenu, proto se benzen v chromatografii azobarviv používá jako mobilní fáze. Jako stacionární nosič použijete "SILUFOL", což je tenká vrstva silikagelu zpevněného škrobem na hliníkové fólii.

Pracovní postup:

1. Plexisklovou šablonu položte na tenkou vrstvu Silufolu. Do vrcholů výkrojů šablony naneste jednotlivá barviva v tomto pořadí (barviva mohou být i jiná):

1. Sudan III
2. azobenzen
3. máslová žluť
4. sulfonazo III
5. dithizon
6. PAN
7. NBAR
8. neznámý vzorek



2. Při nanášení budete postupovat takto: Kapiláru ponořte nejprve do roztoku. Tím se kapilára naplní. Její vnější stěny osušte kouskem filtračního papíru a pak ji přitiskněte na zvolené místo startu. Není-li kapka dostatečně velká, celý postup zopakujte. **POZOR!** Nanášení provádějte opatrně! Nesmí dojít k porušení tenké vrstvy!
3. Vezměte chromatografickou kolonu a do výšky asi 0.5 cm ji naplňte benzenem. Vložte do ní chromatogram starty dolů a celou komoru uzavřete víkem. Víko zabraňuje unikání par benzenu a sytí jím kolonu.
4. Jakmile vložíte chromatogram do kolony, zaznamenejte čas počátku vyvíjení chromatogramu.
5. Chromatogram nechte vyvíjet tak dlouho, dokud čelo mobilní fáze (benzenu) nedorazí asi 1 cm od horního okraje fólie.
6. Potom chromatogram opatrně vyjměte z kolony a ihned označte tužkou jeho čelo. (Případně můžete vyrýt čáru jehlou).
7. Poznamenejte čas ukončení vyvíjení chromatogramu.
8. Tužkou obkreslete rovněž obrysy skvrn, včetně případných "ocasů". Skvrny totiž po čase blednou a ztrácejí se.
9. Takto upravený a uschlý chromatogram uchovejte a přiložte k laboratornímu protokolu jako *corpus delicti*.

Úkoly a závěry:

1. Zakreslete schéma vyvíjení chromatogramu, popis a význam jednotlivých částí.
2. Doplňte finální tabulku:

TABULKA VYHODNOCENÍ CHROMATOGRAMU AZOBARVIV	
Stacionární fáze:	

Mobilní fáze:	
Doba vyvíjení:	
Vzdálenost start - čelo:	

Azobarviva:	a (mm)	b (mm)	R_F	R_M	barva:
Neznámý vzorek:					

3. Uveďte, která azobarviva váš neznámý vzorek obsahoval, včetně jejich charakteristik (viz tabulka).

4. Pokuste se zjistit a zapsat chemické vzorce uváděných azobarviv.

CVIČENÍ č. 27 STANOVENÍ SÍRANŮ GRAVIMETRICKY

Literatura: Čermáková L a kol.: Analytická chemie I pro SPŠCH, SNTL, Praha 1980

Pomůcky: ↗ porcelánový kelímek, trojhránek, trojnožka, kádinky, analytické váhy, předvážky, váženka

Cheikálie: ↗ koncentrovaná kyselina chlorovodíková, 1% roztok barnaté soli, nejráději $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
vzorek obsahující sírany

Úvodem: Množství určité látky lze vedle titrační analýzy stanovit také analýzou vážkovou, tzv. **gravimetrií**. (lat. grave = těžce). Při gravimetrii převedeme zkoumanou látku na těžce rozpustnou sraženinu a tu potom zvážíme. Známe-li složení sraženiny a její hmotnost, můžeme pak určit hmotnost hledané látky. Z roztoků síranů se za horka a po okyselení HCl sráží chloridem barnatým ochotně nerozpustný síran. Tato sraženina však velmi dobře absorbuje cizí ionty, které mohou její konečnou hmotnost výrazně zkreslit, proto je třeba srážení provádět za horka, aby se BaSO_4 vylučoval v co možná nejhrubozrnější formě.

Pracovní postup:

1. Roztok síranu o neznámé konc. zřed'te vodou ve vhodné kádince asi na 250 ml.
2. Roztok okysel'te 1 ml koncentrované HCl a zahřívejte téměř k varu.
3. Po kapkách přikapávejte 1% roztok chloridu barnatého, dokud se tvoří sraženina. **POZOR!** Vysrážení musí být dokonalé. Proto je třeba i po vysrážení odebrat z kádinky vzorek roztoku a např. ve zkumavce přikápnout ještě BaCl_2 . Nesmí už vznikat žádná sraženina. Pak je teprve srážení ukončeno. Vzniká-li v kontrolním vzorku ještě sraženina, je třeba ještě přidat nadbytek srážedla, aby srážení bylo kvantitativní.
4. Obsah kádinky přikryjte hodinovým sklem a nechte stát na horké lázni asi dvě hodiny.
5. Čirý roztok zfiltrujte na modrém filtračním papíru (nejjemnější) a sraženinu dvakrát promyjte dekantací horkou vodou!
6. Sraženinu převed'te na filtr a promývejte horkou vodou tak dlouho, dokud nevykazuje reakci na chloridy.
7. Filtr se sraženinou přeneste do vyžíhaného, zváženého (4 desetinná místa!) žíhacího kelímku, vysušte ho a po spálení žíhejte při asi 600°C do konstantní hmotnosti.
8. Pak kelímek znovu zvažte. Rozdíl hmotností je váhou sraženiny.

Úkoly a závěry:

1. Určete množství síranových iontů ve vzorku.
2. Vypočítejte koncentraci síranových iontů v roztoku nad sraženinou.
3. Vyhledejte v literatuře ve formě jakých sloučenin se stanovuje Fe^{3+} , Al^{3+} , Cl^- , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} .