



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

# Chelatometrie

---

Stanovení tvrdosti vody



## Tlumivé roztoky (pufry)

Roztoky vzniklé smícháním slabé kyseliny a její konjugované zásady (resp. slabé zásady a konjugované kyseliny) nebo částečnou neutralizací slabé kyseliny (resp. slabé zásady) označujeme jako roztoky **tlumivé (pufry)**.

Tlumivé roztoky, které se přidávají k titrovanému roztoku pro udržení téměř konstantního pH, kterého je potřeba pro detekci barevného přechodu indikátoru.

### **Příprava amoniakálního pufry pro pH = 10 – 11**

Postup:

- na předvážkách odvážíme 13,5 g NH<sub>4</sub>Cl p.a.
- rozpustíme jej v asi 50 ml destilované vody
- přidáme 90 ml 25% roztoku amoniaku
- doplníme v odměrné baňce na 250 ml

## Indikátory

V chelatometrii se používají tzv. **metalochromní indikátory**.

- jsou to organická barviva, která vytvářejí s kationty kovů stanovované látky nedisociované komplexy, které mají jiné zabarvení, než samotný indikátor při dané hodnotě pH
- používají se ve směsi s NaCl v poměru 1:100 (samotné je nelze použít pro jejich vysokou vybarvovací schopnost)

### **Eriochromová čern T**

- v prostředí amoniakálního pufry má barevnou změnu z vínově červené barvy na modrou

### **Murexid**

- má barevnou změnu z červenofialové barvy na modrofialovou

# 1. Příprava 500 ml odměrného přibližně 0,02M roztoku chelatonu III

## Výpočet hmotnosti chelatonu III k přípravě roztoku

$$M(\text{ChIII}) = 372,242 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \quad m = M \cdot n \quad c = \frac{n}{V} \Rightarrow n = c \cdot V$$

$$m(\text{ChIII}) = M(\text{ChIII}) \cdot c(\text{ChIII}) \cdot V$$

$$m(\text{ChIII}) = 372,242 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 0,02 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \cdot 0,5 \text{ dm}^3$$

$$\underline{m(\text{ChIII}) = 3,7224 \text{ g}}$$

Pomůcky: předvážky, navažovací lodička, odměrná baňka 500 ml, kádinka 250 ml, stříčka

## Pracovní postup:

- 1) diferencně navážíme hmotnost chelatonu III
- 2) nasype do odměrné baňky na 500 ml
- 3) rozpustíme v destilované vodě a po vytemperování na 20°C doplníme po rysku

## Naměřené hodnoty a výpočty:

Vzorec pro výpočet přesné koncentrace:

$$c(\text{ChIII}) = \frac{m_s}{m_t} \cdot 0,02$$

$m_s$  ... skutečná navážka;  $m_t$  ... teoretická navážka

Naměřené hodnoty:

	hmotnost v gramech
navážovací lodička s ChIII	
prázdná navažovací lodička	
chelaton III	

Výpočet přesné koncentrace odměrného roztoku chelatonu III:

Koncentrace odměrného roztoku chelatonu III: \_\_\_\_\_

## 2. Stanovení celkové tvrdosti vody


### Teorie:

Celková tvrdost vody je měřítkem koncentrace kationtů kovů alkalických zemin, hlavně vápníku a hořčíku. Výsledek stanovení tvrdosti vody se udává v milimolech na litr.

Starší způsob označování tvrdosti vody:

- v německých stupních tvrdosti °N
    - 1 německý stupeň tvrdosti odpovídá 1 mg CaO nebo 0,78 mg MgO ve 100 ml vody
    - 1 mmol·l<sup>-1</sup> (Ca + Mg) odpovídá 5,6°N
  - ve francouzských stupních
    - 1 německý stupeň = 1,79 francouzských stupňů
  - v anglických stupních (Clarkových stupních)
    - 1 německý stupeň = 1,25 anglických stupňů
- 
- při chelatometrickém stanovení celkové tvrdosti vody se využívá toho, že chelaton III tvoří při pH 10 s vápenatými a hořečnatými ionty pevné chelátové komplexy
  - jako indikátor se používá eriochromová čern T
  - komplex indikátoru s hořečnatými ionty je vínově červený, samotný indikátor je modrý
  - nezřetelný barevný přechod indikátoru může být způsoben zejména přítomností kovů, jejichž komplexy s indikátorem jsou pevnější než s chelatonem III ( ionty Co, Ni, Cu, Al, Fe )
  - k odstranění rušivých vlivů lze použít přídavek roztoku sulfidu sodného

Pomůcky: titrační baňka, pipeta 100 ml, odměrný válec 10 ml, byreta 50 ml, kádinka 250 ml, filtrační nálevka

Chemikálie: amoniakální pufr pH 10-11 , 0,2M roztok Na<sub>2</sub>S, eriochromová čern T (směs s NaCl 1:100), odměrný roztok chelatonu III

### Pracovní postup:

- 1) do titrační baňky odpipetujeme 100 ml vzorku analyzované vody
- 2) přidáme asi 5 ml amoniakálního pufru
- 3) 2 ml roztoku sulfidu sodného o koncentraci 0,2 mol·dm<sup>-3</sup>
- 4) asi 0,3 g eriochromové černě T
- 5) titrujeme odměrným roztokem chelatonu III do modrého zabarvení

měření	spotřeba roztoku chelatonu III (ml)
1.	
2.	
3.	

### Výpočet:

1 ml chelatonu III odpovídá 2,8° N

### Závěr:

### 3. Stanovení $\text{Ca}^{2+}$ a $\text{Mg}^{2+}$ v minerálních vodách a potravinových doplňcích

#### Teorie:



Hořčík a vápník jsou významné ionty, které musí člověk přijímat v potravě. U dospělých osob činí denní potřeba hořčíku asi 12,5 až 20 mmol, tj. 300–480 mg, vápníku asi 30 mmol, tj. asi 1 200 mg. Nejvýznamnějším zdrojem hořčíku je chlorofyl zelených rostlin. V metabolismu buněk plní úlohu aktivátoru různých enzymů. Jeho nedostatek se projevuje například svalovými křečemi. Vápník je přijímán především mlékem a mléčnými produkty, ovocem a zeleninou.

Minerální vody obsahují poměrně velká množství vápníku a hořčíku, která je možné stanovit pomocí chelatonu III.

Jsou-li ve vzorku obsaženy oba ionty  $\text{Mg}^{2+}$  a také  $\text{Ca}^{2+}$ ,

- stanoví se celkový obsah obou kationtů titrací na indikátor eriochromovou černí T (barevná změna z vínově červené na modrou) v prostředí amoniakálního pufru (pH = 10)
- potom se stanoví množství vápníku titrací chelatonem III na indikátor murexid (z červené na modrofialovou barvu)
- obsah hořčíku se zjistí z rozdílu obou stanovení

Pomůcky: titrační baňka, odměrný válec 50 ml, byreta 50 ml, pipeta 20 ml, kádinka 250 ml, filtrační nálevka

Chemikálie: amoniakální pufr pH 10-11 , eriochromová černí T (směs s NaCl 1:100), 20% NaOH , murexid (směs s NaCl 1 : 100), odměrný roztok chelatonu III, destilovaná voda, zkoumaný vzorek

#### Pracovní postup:

##### a) Společná titrace $\text{Mg}^{2+}$ a $\text{Ca}^{2+}$

- 1) do titrační baňky odpipetujeme 20 ml vzorku analyzované minerální vody a zředíme 25 ml destilované vody
- 2) přidáme asi 10 ml amoniakálního pufru
- 3) asi 0,1 g eriochromové černě T
- 4) titrujeme odměrným roztokem chelatonu III (asi 0,02M) do modrého zabarvení

měření	spotřeba roztoku chelatonu III (ml) $V_{\text{ChIII}}(\text{Mg,Ca})$
1.	
2.	
3.	

##### b) Titrační stanovení $\text{Ca}^{2+}$

- 1) do titrační baňky odpipetujeme 20 ml vzorku analyzované minerální vody a zředíme 25 ml destilované vody
- 2) přidáme asi 1 ml 20% NaOH (na výsledné pH = 12)
- 3) asi 0,1 g indikátoru murexidu
- 4) titrujeme odměrným roztokem chelatonu III (asi 0,02M) do modrofialového zabarvení

měření	spotřeba roztoku chelatonu III (ml) $V_{\text{ChIII}}(\text{Ca})$
1.	
2.	
3.	

##### c) Stanovení $\text{Mg}^{2+}$

Ekvivalentní objem chelatonu k obsaženému hořčíku vypočteme jako rozdíl : spotřeby chelatonu při společné titraci  $\text{Mg}^{2+}$  s  $\text{Ca}^{2+}$  a spotřeby při titraci  $\text{Ca}^{2+}$

$$V_{\text{ChIII}}(\text{Mg}) = V_{\text{ChIII}}(\text{Mg,Ca}) - V_{\text{ChIII}}(\text{Ca})$$

$$V_{\text{ChIII}}(\text{Mg}) = \dots\dots\dots$$

Výpočet obsahu Mg a Ca ve vzorku:

Zkoumaný vzorek: .....

a) Hmotnost hořčíku ve vzorku:

$$m(\text{Mg}^{2+}) = V_{\text{ChIII}}(\text{Mg}) \cdot c_{\text{ChIII}} \cdot M(\text{Mg}); \quad M(\text{Mg}) = 24,30 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Přepočet na původní množství vzorku:

b) Hmotnost vápníku ve vzorku:

$$m(\text{Ca}^{2+}) = V_{\text{ChIII}}(\text{Ca}) \cdot c_{\text{ChIII}} \cdot M(\text{Ca}); \quad M(\text{Ca}) = 40,08 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Přepočet na původní množství vzorku:

Závěr: