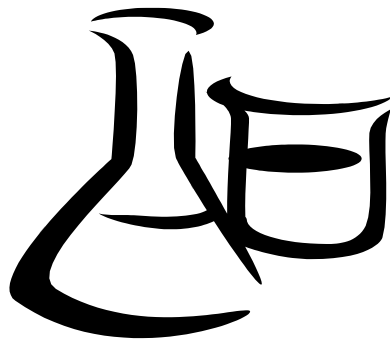


Kvalitativní a kvantitativní analýza v anorganické chemii

Praktické cvičení z lékařské
chemie a biochemie

Všeobecné lékařství

Libuše Kadlecová, Martin Vejražka



2024/25
























Obsah

Kvalitativní analýza	3
Úloha 1 – Vybrané anorganické reakce	3
Kvantitativní analýza	9
Úloha 2 – Stanovení látkové a hmotnostní koncentrace roztoku kyseliny sírové	9

Kvalitativní analýza

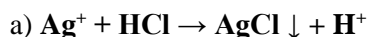
Úloha 1 – Vybrané anorganické reakce



Reagencie:


1. Amoniak, vodný roztok $70 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
2. Dusičnan barnatý, vodný roztok $60 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
3. Dusičnan rtuťnatý, vodný roztok $70 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
4. Dusičnan stříbrný, vodný roztok $20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
5. Fosforečnan sodný, vodný roztok $20 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
6. Hexakynoželezitan draselný, vodný roztok $100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
7. Hexakynoželezitan draselný, vodný roztok $100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
8. Hydrogenfosforečnan sodný, vodný roztok $50 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$
9. Hydrogenuhličitan sodný 
10. Hydroxid sodný, vodný roztok $100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
11. Hydroxid vápenatý, vodný roztok  (vápenná voda)
12. Chlorid vápenatý, vodný roztok $50 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
13. Chlorid železitý, vodný roztok $5 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
14. Chroman draselný, vodný roztok $50 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
15. Jodid draselný, vodný roztok $0,02 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
16. Kyselina fosforečná, vodný roztok $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
17. Kyselina chlorovodíková, vodný roztok $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
18. Kyselina sírová, vodný roztok $2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
19. Molybdenan amonný, roztok v kyselině dusičné $100 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 
20. Octan olovnatý, vodný roztok $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
21. Síran měďnatý, vodný roztok $0,3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ 
22. Síran železnatý, heptahydrát 
23. Sulfan, vodný roztok  (sulfanová voda)
24. Thiokyanatan draselný, vodný roztok $50 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ 

1. Reakce vybraných kationtů

1.1 Reakce sloučenin stříbra



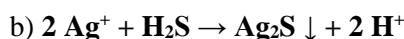
Smíchejte asi 0,5 ml roztoku dusičnanu stříbrného  a 0,5 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové . Vznikne bílá sraženina chloridu stříbrného,

Přidejte nadbytek roztoku amoniaku , sraženina se rozpustí – vzniká diammin stříbrný komplex $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$.

Halogenidy stříbra, především bromid stříbrný, se používaly ve fotografii. Po excitaci světlem jsou náchylnější redukci v zásaditém prostředí, takže ve vývojce (zásaditý roztok redukujících látek) vznikne kovové stříbro, které má černou barvu.

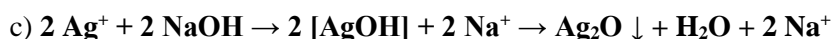
Srážení se stříbrnými kationty patří mezi velmi citlivé reakce, kterými lze prokázat i stopy halogenidů. Používalo se v kvalitativní i kvantitativní analýze.

Všimněte si, že pokud kov navážeme jako centrální atom komplexní sloučeniny, zůstává často rozpustný i v prostředí, v němž by jinak vytvářel nerozpustné sloučeniny – v tomto případě stříbrné kationty v roztoku, který jednak obsahuje anionty halových prvků, jednak je zásaditý (hydroxid stříbrný je rovněž nerozpustný). Toho se často využívá v nejrůznějších analytických i technologických aplikacích.




K asi 0,5 ml roztoku dusičnanu stříbrného  přidejte asi 0,5 ml roztoku sulfanu . Vznikne černá sraženina sulfidu stříbrného.

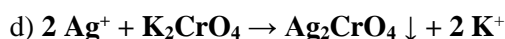
Tato reakce je podstatou černání stříbrných šperků. Tmavé nerozpustné sulfidy tvoří i mnoho dalších přechodných kovů.






K asi 0,5 ml roztoku dusičnanu stříbrného  přidejte asi 0,5 ml roztoku hydroxidu sodného . Vzniká černohnědá sraženina.

Hydroxidy přechodných kovů jsou zpravidla nerozpustné. Často mívají intenzivní zbarvení typické pro konkrétní kation.

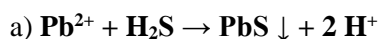
Přidejte nadbytek roztoku amoniaku , sraženina se rozpustí. Opět vznikají komplexní sloučeniny souhrnně označované jako amoniakální roztok stříbra, především diammin stříbrný komplex $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$.



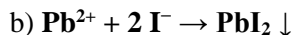
K asi 0,5 ml roztoku dusičnanu stříbrného  přidejte asi 0,5 ml roztoku chromanu sodného  . Vzniká intenzivně zbarvená červenohnědá sraženina.






Tato reakce je velmi citlivá. Zbarvení je patrné už při řádově nižších koncentracích stříbrných iontů, než je nutné třeba pro tvorbu zákalu při srážení halogenidy. S touto reakcí se proto setkáme jako s indikační reakcí v odměrné analýze.

1.2 Reakce sloučenin olova



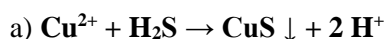
K malému množství roztoku octanu olovnatého   malé množství sulfanové vody  . Vzniká černá sraženina.







Smíchejte stejné množství roztoku octanu olovnatého   a roztoku jodidu draselného   . Vznikne žlutá sraženina jodidu olovnatého. Směs zahřejte na 100 °C v topném bloku, sraženina se téměř rozpustí. Pak roztok prudce ochlaďte v ledové tříšti. Jodid olovnatý znovu krystalizuje, krystalky nyní budou připomínat „zlato“.

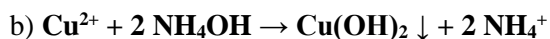
Některé sloučeniny olova jsou intenzivně zbarvené a používaly se proto jako pigmenty – mimo jiné olovnatá běloba (tj. zásaditý uhličitan olovnatý, $\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb(OH)}_2$) nebo červenooranžový suřík (též minium, oxid olovnato-olovičitý Pb_3O_4). Intenzivně zbarvené pigmenty ale poskytují i další kovy.






1.3 Reakce sloučenin mědi



Smíchejte malé množství roztoku síranu měďnatého   se sulfanovou vodou  . Vzniká hnědočerná sraženina.

Znovu vidíme, že sulfidy mnoha kovů jsou nerozpustné a často jsou tmavě zbarvené.






Přidávejte k roztoku síranu měďnatého   po kapkách roztok amoniaku   . Nejprve vzniká světle modrá gelovitá sraženina hydroxidu měďnatého.


Přidávejte další amoniak. V nadbytku NH_4OH se sraženina rozpouští na tmavě modrý roztok komplexu tetraammin měďnatého $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Znovu vidíme, že komplexní sloučeniny bývají dobře rozpustné. Velká část z nich je také intenzivně barevná.


c) Pokus je demonstrován na instruktážním videu:

<https://www.medicalmedia.eu/cs/Detail/14677>

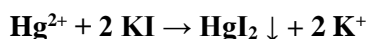
Skutečnost, že přítomnost koordinačně-kovalentní vazby ve sloučenině mnohdy podmiňuje její barevnost bude demonstrována v dalším pokusu. V kovovém kelímku zíhajte asi 0,5 g pentahydrátu síranu měďnatého $\text{CuSO}_4 \cdot 5$

H_2O   . Při vysoké teplotě se odpaří krystalová voda a v kelímku zůstává bezvodý síran měďnatý. Ten je prakticky bezbarvý. Krystalová voda je totiž v tomto případě vázána koordinačně-kovalentní vazbou, pentahydrát síranu měďnatého je ve skutečnosti komplexní sloučenina síran pentaamminměďnatý $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_5]\text{SO}_4$.

Pokud bezvodý síran měďnatý  opět hydratujete, znovu se vytvoří charakteristické modré zbarvení.


d) Vyrobte znovu sraženinu hydroxidu měďnatého a zahřejte ji na 100 °C . Vzniká téměř černý oxid měďnatý. Podobně jako sulfidy i oxidy některých přechodných a těžkých kovů bývají intenzivně zbarvené.

1.4 Reakce sloučenin rtuti



Smíchejte roztoky dusičnanu rtuťnatého  a jodidu draselného . Vzniká oranžově červená sraženina.

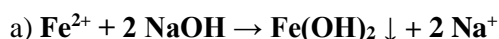
Přikápejte dále jodid, sraženina se rozpustí. Vzniká tzv. Nesslerovo činidlo, tetrajodortuťnatán draselný K_2HgI_4 .


Přidejte kapku amoniaku . Nesslerovo činidlo se používá k citlivému průkazu amonných kationtů – vytváří s nimi oranžovou sraženinu amidojodortuťnatého komplexu:




Jde o jednu z mála srážecích reakcí, kterými lze prokázat přítomnost amonných kationtů. Stále se používá v enviromentální chemii k průkazu znečištění vod amoniakem.

1.5 Reakce sloučenin železa



Připravte čerstvý roztok, který obsahuje železnaté ionty, rozpuštěním malého množství síranu železnatého  v čisté vodě. Roztok je třeba ihned použít, neboť železnaté kationty se v roztoku rychle oxidují na železité vzdušným kyslíkem.



Smíchejte roztok železnatých iontů s roztokem hydroxidu . Nejprve světle zelená sraženina hydroxidu železnatého. Její barva se postupně mění na rezavě hnědou, jak dochází k oxidaci železa na Fe^{3+} vzdušným kyslíkem a vzniká tak $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Mazlavá sraženina hydroxidu železitého je typickou součástí nánosů ve vodovodních trubkách. Dalšími reakcemi vznikají podobně rezavě železité soli.

Barva sloučenin železa, stejně jako mnoha jiných přechodných kovů, závisí na oxidačním čísle. V tomto případě jsme viděli, že sloučeniny Fe^{2+} bývají zelené, sloučeniny Fe^{3+} hnědé. Skutečnosti, že přechodné kovy snadno mění oxidační číslo v redoxních reakcích a přitom se mění zbarvení jejich sloučenin, se využívá v řadě analytických systémů. Příklady některých typických barev jsou v tabulce:

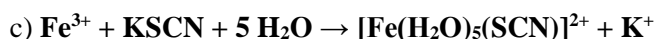
Měď	Cu^{2+}	Cu^{1+}
Železo	Fe^{3+}	Fe^{2+}
Mangan	Mn^{7+}	Mn^{6+}
Chrom	Cr^{6+}	Cr^{3+}



Proveďte reakci železnatých iontů  s hexakynoželezitanem . Získáte tmavě modrou sraženinu komplexní soli hexakynoželezitanu železitého, popřípadě hexakynoželezitanu železito-draselného.

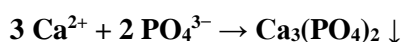
Stejné komplexy vznikají podobnou reakcí, kdy se prohodí oxidační čísla v reaktantech: smíchejte roztok železitých iontů (např. chloridu železitého Fe^{2+}) s hexakynoželeznanem draselným $\text{K}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$. Ač jde v obou případech o látky se stejnou komplexní částicí, které se liší jen obsahem draslíku a případně nečistot, mají podle způsobu přípravy mírně odlišnou barvu. Historicky se proto rozlišovaly, první se označovala jako Turnbullova modř, druhá jako berlínská (též pruská) modř.

Všimněte si, že i v tomto případě mají komplexní sloučeniny nápadné zbarvení. Berlínská modř se díky tomu stala významným pigmentem v malířství.



Proveďte reakci železitých kationtů Fe^{2+} s thiokyanatanem SCN^- . Vznikají intenzivně červené komplexy. Díky těmto typickým reakcím se thiokyanatany triviálně označují jako rhodanidy.

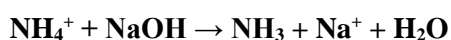
1.6 Reakce sloučenin vápníku



Smíchejte roztoky chloridu vápenatého CaCl_2 a fosforečnanu sodného Na_2HPO_4 . Vytvoří se bílá sraženina. Přikapáváním kyseliny fosforečné H_3PO_4 (nebo jiné kyseliny) se sraženina postupně rozpouští – vzniká dihydrogenfosforečnan vápenatý, dihydrogenfosforečnan vápenatý a další složitější fosfáty. Platí přitom, že dihydrogenfosforečnany jsou mnohem rozpustnější než hydrogenfosforečnany a ty jsou rozpustnější než fosforečnany.

Fosforečnany vápníku a odvozené soli se vyskytují v mnoha různých podobách. Je pro ně typické, že jsou nerozpustné v zásaditém prostředí, oksylením se snadno mění na rozpustné sloučeniny. Mezi složitější soli z této skupiny patří i hydroxyapatit, minerální součást kostí a zubů.

1.7 Reakce amonných kationtů



Smíchejte asi 0,5 ml roztoku amoniaku NH_3 s roztokem hydroxidu sodného NaOH . Začne se uvolňovat plynný amoniak. Lze jej prokázat, pokud v ústí zkumavky přidržíme univerzální indikátorový papírek navlhčený čistou vodou – zbarví se do modra, neboť amoniak se znovu rozpouští ve vodě.

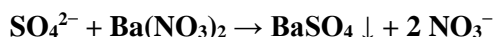
Průkaz amonného kationtu Nesslerovým činidlem jsme již zkoušeli (viz 1.4).





2. Průkaz vybraných prvků plamenovými reakcemi

Plamenové reakce budou demonstrovány vyučujícím.

3. Reakce vybraných aniontů Reakce vybraných aniontů

3.1 Reakce síranů







Smíchejte malé množství zředěné kyseliny sírové  s roztokem dusičnanu barnatého   . Vzniká bílá sraženina. Přidávejte další kyselinu – sraženina se nerozpouští.

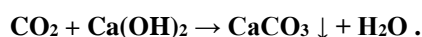
Síran barnatý se používá jako rentgen kontrastní látka při vyšetřeních zažívacího traktu (tzv. baryová kaše). Toto použití je bezpečné, protože rozpustné sloučeniny barya jsou jedovaté – síran barnatý se nerozpouští a barnaté kationty se neuvolní ani v kyselém prostředí žaludku.






3.2 Reakce uhličitánů a hydrogenuhličitánů

Provedení pokusu je na instruktážním videu:

<https://www.medicalmedia.eu/cs/Detail/14676>

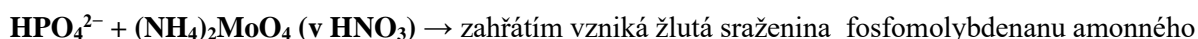
V baňce zahřívajte asi 1 g hydrogenuhličitanu sodného  . Vznikající plyn odvádějte zahnutou trubičkou do kádinky s roztokem hydroxidu vápenatého (vápennou vodou)  . Reakcí oxidu uhličitého s hydroxidem vápenatým vzniká bílý zákal







Když se přestane vyvíjet další plyn, nechejte baňku vychladnout . Pak do ní přidejte roztok kyseliny chlorovodíkové   a znovu ji uzavřete zátkou se zahnutou trubičkou. Opět se vyvíjí plyn a reakcí s vápennou vodou   lze prokázat, že se opět jedná o oxid uhličitý.

Pro hydrogenuhličitany se vžil triviální označení bikarbonáty. Vzniklo podle právě demonstované reaktivity – zahříváním hydrogenuhličitanu lze uvolnit „první“ molekulu oxidu uhličitého, reakcí s kyselinou lze poté uvolnit „druhou“ molekulu CO₂.

3.3 Reakce fosforečnanů



Malé množství roztoku hydrogenfosforečnanu sodného, kyseliny fosforečné  nebo fosforečnanu sodného  smíchejte s roztokem molybdenanu amonného   a zkumavku zahřejte ve vroucí vodní lázni. Vzniká žlutá sraženina stechiometricky komplikované soli označované jako fosfomolybdenan amonný.

Kvantitativní analýza

Úloha 2 – Stanovení látkové a hmotnostní koncentrace roztoku kyseliny sírové

Reagencie:

1. Roztok kyseliny sírové o neznámé koncentraci



2. Roztok NaOH o koncentraci $c=0,1 \text{ mol/l}$, faktor = 1,00



3. Fenolftalein, destilovaná voda.



Pracovní postup:

Do čisté titrační baňky se odměří přesně 5,0 ml vzorku roztoku H_2SO_4 o neznámé koncentraci a zředí se asi 10 – 20 ml destilované vody, přidá se několik kapek indikátoru a titruje se z byrety odměrným roztokem NaOH do trvalého zbarvení indikátoru, z původně bezbarvého roztoku do světle růžového zbarvení, celkem 3x. Z průměrných hodnot druhých a třetích titrací se vypočítá látková a hmotnostní koncentrace kyseliny sírové

Úkoly:

1. Napište do principu protokolu této úlohy iontovou rovnici proběhlé reakce, její typ a použitý indikátor.
2. Vypočtěte látkovou a hmotnostní koncentraci kyseliny sírové ve zkoumaném roztoku vzorku.