



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Spektrofotometrické stanovení fosforečnanů ve vodách

Úkol: Spektrofotometricky stanovte obsah fosforečnanů ve vodě

Chemikálie: 0,07165 g dihydrogenfosforečnan draselný KH_2PO_4
75 ml kyselina sírová H_2SO_4
3,25 g molybdenan amonný $(\text{NH}_4)_6\text{MoO}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$
0,875 g vinan antimonylo-draselný $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$
kyselina askorbová ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml, 25 ml (8 ks)
kádinka 250 ml, 100 ml (2 ks)
váženka
lžička

Postup:

Dihydrogenfosforečnan draselný (KH_2PO_4), zásobní roztok standardu ($c = 0,005268 \text{ mol/l}$):

Pro přípravu zásobního roztoku se naváží 71,65 mg vysušeného dihydrogenfosforečnanu draselného (sušení 2 hodiny při 105°C). Toto množství bylo rozpuštěno v destilované vodě v odměrné baňce 100 ml a doplněno destilovanou vodou po rysku. *Pozn.* Před vlastním měřením se zásobní roztok 50x naředí.

Kyselina sírová (H_2SO_4), ($c = 9 \text{ mol/l}$):

Za stálého chlazení a míchání se přidá 75 ml 96% kyseliny sírové do kádinky se 75 ml destilované vody.

Molybdenan amonný ($(\text{NH}_4)_6\text{MoO}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$):

Ve 25 ml odměrné baňce se rozpustí 3,25 g molybdenanu amonného v destilované vodě.

Vinan antimonylo-draselný ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$) - působí jako katalyzátor:

Ve 25 ml odměrné baňce se rozpustí 0,875 g vinanu antimonylo-draselného v destilované vodě.

Směsný roztok:



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“ CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Do kádinky se 150 ml kyseliny sírové bylo za stálého míchání přidáno 25 ml připraveného roztoku molybdenanu amonného a pak 25 ml roztoku vinanu antimonylo-draselného. Pro uchování roztoku je nutné ho skladovat v chladu a tmavé láhvi. Pak je roztok stálý asi 2 měsíce.

Spektrofotometrické stanovení:

Pro spektrofotometrické stanovení je potřeba šest odměrných baněk o objemu 25 ml. Do baněk se napipetuje dané množství (postupně 1,25; 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5ml) 50x zředěného standardního zásobního roztoku dihydrogenfosforečnanu draselného. Do každé baňky se přidá lžička kyseliny askorbové, roztok se promíchá a následně se přidá deset kapek směsného roztoku. Odměrné baňky se doplní destilovanou vodou po rysku. Po 20 minutách se změří hodnoty absorbance proti slepému vzorku v 1 cm kyvetách při vlnové délce 690 nm. Stejný postup se provede s analyzovaným vzorkem. Z kalibrační přímky se pak následně určí koncentrace neznámého vzorku.

Tab. 1: Příprava kalibračních roztoků.

V KH_2PO_4 (ml)	c $(\text{PO}_4)^{3-}$ (mg/l)	Absorbance ($\lambda=690$ nm)
1,25	0,5	
2,5	1	
5	1,5	
7,5	3	
10	4	
12,5	5	



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Spektrofotometrické stanovení amonných iontů ve vodách

Úkol: Spektrofotometricky stanovte obsah amonných iontů ve vodě

Chemikálie: 0,3819 g chlorid amonný NH_4Cl
10 g salicylan sodný $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$
10 g dihydrát citronan sodný $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
2,5 g hydroxid sodný NaOH
0,1 g nitroprusid sodný $[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
0,2 g dichlorisokyanuratan $\text{C}_3\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml, 10 ml (10 ks)
kádinka 100 ml
pipety
třecí miska s tloučkem
váženka
lžička

Postup:

Chlorid amonný (NH_4Cl), zásobní roztok standardu:

V odměrné baňce o objemu 100 ml se rozpustí v destilované vodě 371,4 mg vysušenému chloridu amonného (2 hodiny při 105°C). Zásobní roztok se uchovává v tmavé láhvi a v chladu. Roztok je stálý alespoň měsíc. *Pozn.* Pro měření se zásobní roztok 50x naředí.

Činidlo I:

V kádince s 50 ml destilované vody se rozpustí 10 g salicylanu, 10 g citronanu a 2,5 g NaOH .

Činidlo II:

V třecí misce se rozetře 0,1 g nitroprusidu, 0,2 g dichlorisokyanuratanu a 10 g citronanu.

Spektrofotometrické stanovení:

Do šesti odměrných baněk o objemu 25 ml se napipetuje dané množství 50 x zředěného zásobního roztoku standardu o známé koncentraci (postupně 0,25; 0,5; 0,75; 1;

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

1,25; 1,5 ml). Do každé baňky se přidá 10 kapek činidla I a lžička činidla II. Baňky se promíchají a doplní se destilovanou vodou po rysku. Po 10 minutách se změří hodnoty absorbance proti slepému vzorku v 1 cm kyvetách při vlnové délce 660 nm. Stejný postup se provede s analyzovaným vzorkem. Z kalibrační přímky se pak následně určí koncentrace neznámého vzorku.

Tab. 2: Příprava kalibračních roztoků.

V NH ₄ Cl (ml)	c(NH ₄) ⁺ (mg/l)	Absorbance (λ=660 nm)
0,25	0,25	
0,5	0,5	
0,75	0,75	
1	1	
1,25	1,25	
1,5	1,5	



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Spektrofotometrické stanovení dusitanů ve vodách

Úkol: Spektrofotometricky stanovte obsah dusitanů ve vodě

Chemikálie: 0,2344 g dusitan sodný NaNO_2
10 ml kyselina fosforečná H_3PO_4
4 g amid kyseliny sulfanilové $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$
0,2 g NED dihydrochlorid (N-(1-naftyl)-1,2-ethylendiamin
dihydrochlorid) ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$)

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml a 25 ml (8x)
pipety
váženka
lžička

Postup:

Dusitan sodný (NaNO_2), zásobní roztok standardu ($c = 0,013588 \text{ mol/l}$):

V 100 ml odměrné baňce se rozpustí 375 mg dusitanu sodného. Baňka se doplní destilovanou vodou po rysku. Roztok se uchovává v chladu a v uzavřené tmavé skleněné láhvi. *Pozn.* Pro měření se zásobní roztok 100x zředí.

Vybarvovací činidlo:

Do 100 ml odměrné baňky s destilovanou vodou se napipetuje 10 ml kyseliny fosforečné. Potom se přidá 4 g amidu kyseliny sulfanilové, 0,2 g NED dihydrochloridu a doplní se destilovanou vodou po rysku.

Spektrofotometrické stanovení:

Do šesti odměrných baněk objemu 25 ml se napipetuje postupně 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,5 ml standardního 100x zředěného zásobního roztoku dusitanu sodného. Do každé odměrné baňky se pak přidá 10 kapek vybarvovacího činidla. Pak se baňky doplní po rysku destilovanou vodou. Absorbance se změří po 10 minutách proti slepému vzorku v 1 cm kyvetách při vlnové délce 540 nm. Stejný postup se provede s analyzovaným vzorkem. Z kalibrační přímky se pak následně určí koncentrace neznámého vzorku.

Tab. 3: Příprava kalibračních roztoků.

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

V NaNO ₂ (ml)	c (mg/l) (NO ₂) ⁻	Absorbance (λ= 540 nm)
0,25	0,25	
0,5	0,5	
0,75	0,75	
1	1	
1,5	1,5	



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“
CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Spektrofotometrické stanovení dusičnanů ve vodách

Úkol: Spektrofotometricky stanovte obsah dusičnanů ve vodě

Chemikálie: 0,4076 g dusičnan draselný KNO_3
10 ml kyselina fosforečná H_3PO_4
1 g amid kyseliny sulfanilové $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$
0,05 g NED dihydrochlorid (N-(1-naftyl)-1,2-ethylendiamin
dihydrochlorid) ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$)
práškový zinek Zn
síran sodný Na_2SO_4

Pomůcky: odměrná baňka 100 ml, 25 ml
kádinka
pipety
třecí miska s tloučkem

Postup:

Dusičnan draselný (KNO_3), zásobní roztok standardu:

V 100 ml odměrné baňce se rozpustí v destilované vodě 0,4076 g dusičnanu draselného a doplní destilovanou vodou po rysku. *Pozn.* Pro měření musí být zásobní roztok 10x naředěn.

Vybarvovací činidlo:

Do odměrné baňky o objemu 25 ml s destilovanou vodou se napipetuje 10 ml kyseliny fosforečné. Dále se přidá 1 g amidu kyseliny sulfanilové a 0,05 g NED dihydrochloridu. Baňka se doplní destilovanou vodou po rysku.

Redukční činidlo:

K redukci dusičnanů na dusitany se použije práškový zinek. Zinek je potřeba naředit s inertní látkou, neboť při redukci zinkem vzniká velké množství vodíku. Docházelo by tak k chybám v měření. Zinek se nařadí síranem sodným v poměru 1:20 a směs dokonale rozetře v třecí misce.

Spektrofotometrické stanovení:



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

„Inovace bakalářského studijního oboru Aplikovaná chemie“ CZ.1.07/2.2.00/15.0247

Do šesti odměrných baněk objemu 25 ml se napipetuje 0,5; 1; 2; 3; 4; 5; ml zásobního 10x zředěného roztoku dusičnanu draselného. Do každé banky se poté napipetuje 0,5 ml kyseliny fosforečné. Potom se přidá 10 kapek vybarvovacího činidla a malé množství (malou lžičku) práškového zinku naředěného síranem sodným. Odměrné banky se doplní destilovanou vodou po rysku a 10 minut se reakční směs nechá reagovat. Absorbance se měří v 1 cm kyvetách proti slepému vzorku při vlnové délce 540 nm. Stejný postup se provede s analyzovaným vzorkem. Z kalibrační přímky se pak následně určí koncentrace neznámého vzorku.

Tab. 4: Příprava kalibračních roztoků.

V KNO_3 (ml)	c $(\text{NO}_3)^-$ (mg/l)	Absorbance ($\lambda=540$ nm)
0,5	4	
1	8	
2	16	
3	24	
4	32	
5	40	