Stanovení chloridových iontů v půdě

## Teorie:

Stanovení chloridů ve vzorku vody nebo vodního výluhu přesně charakterizuje ČSN ISO 9297 (75 7420) Jakost vod – Stanovení chloridů – Argentometrické stanovení s chromanovým indikátorem (metoda podle Mohra). Datum vydání: Únor 1996.

Chloridové ionty vysrážíme roztokem dusičnanu stříbrného – vzniká bílá sraženina chloridu stříbrného. Konec titrace (bod ekvivalence) určíme pomocí roztoku chromanu draselného. Chroman se stříbrnými kationty vytvoří červenohnědou sraženinu chromanu stříbrného. Výhodou je, že chloridové anionty mají ke stříbrným iontům větší afinitu než ionty chromanové. Stanovení lze provádět u roztoků s pH 5 – 9,5. Pokud je pH jiné musí se před stanovením upravit 0,1M hydroxidem sodným nebo 0,1M kyselinou dusičnou.

# Úkol č. 1: Příprava půdního výluhu

**Chemikálie:**

destilovaná voda

**Pomůcky:**

erlenmayerova baňka 250 cm3

odměrný válec

filtrační aparatura

**Postup:**

Do erlenmayerovy baňky navážíme 15,0 g upraveného půdního vzorku. Odměrným válcem přidáme 150 cm3 destilované vody. Baňku uzavřeme (zátkou nebo alobalem) a extrahujeme na třepačce 10 minut. Po extrakci suspenzi promícháme a ihned zfiltrujeme přes hustý filtrační papír.

# Úkol č. 2: Příprava 0,1M roztoku hydroxidu sodného

**Chemikálie:**

destilovaná voda

hydroxid sodný

**Pomůcky:**

odměrná baňka 250 cm3

střička

**Postup:**

Připravíme 250 cm3 0,1M roztoku hydroxidu sodného.

V = 250 ml

c = 0,1 M

M(NaOH) = 40 g.mol-1

|  |  |
| --- | --- |
| n = c . V  n = 0,1 mol.dm-3 . 0,25 dm3  n = 0,025 mol | m = n . M  m = 0,025 mol . 40 g.mol-1  **m = 1 g** |

# Úkol č. 3: Příprava 0,1M roztoku kyseliny dusičné

**Chemikálie:**

destilovaná voda

kyselina dusičná 63 %

**Pomůcky:**

dělená pipeta 1 cm3

odměrná baňka 100 cm3

střička

**Postup:**

Připravíme 100 cm3 0,1M roztoku kyseliny dusičné.

V = 100 ml

c = 0,1 M

M(HNO3) = 63 g.mol-1

ρ(HNO3= = 1,3866 g.cm-3

|  |  |
| --- | --- |
| n = c . V  n = 0,1 mol.dm-3 . 0,1 dm3  n = 0,01 mol | m = n . M  m = 0,01 mol . 63 g.mol-1  m = 0,63 g |
| 100 % .......... 0,63 g  63 % ………. x g  x = 1 g | V = m : ρ = 1 g : 1,3866 g.cm3  **V = 0,72 ml** |

# Úkol č. 4: Příprava 0,02M roztoku dusičnanu stříbrného

**Chemikálie:**

dusičnan stříbrný

destilovaná voda

**Pomůcky:**

odměrná baňka 250 cm3

střička

**Postup:**

Připravíme 250 cm3 0,02M roztoku dusičnanu stříbrného.

K přípravě roztoku dusičnanu stříbrného je nutné použití kvalitní destilované vody. Chloridy obsažené ve vodě kohoutkové by dusičnan vysrážely za vzniku chloridu stříbrného.

Dusičnan stříbrný zanechává na nábytku nesmytelné tmavé skvrny!

V = 250 ml

c = 0,02 M

M(NaOH) = 170 g.mol-1

|  |  |
| --- | --- |
| n = c . V  n = 0,02 mol.dm-3 . 0,25 dm3  n = 0,005 mol | m = n . M  m = 0,005 mol . 170 g.mol-1  m = 0,85 g |

# Úkol č. 5: Příprava 10% roztoku chromanu draselného

**Chemikálie:**

chroman draselný

destilovaná voda

**Pomůcky:**

odměrná baňka 50 cm3

střička

**Postup:**

Do odměrné baňky nalijeme několik cm3 destilované vody. Po té do baňky vpravíme 5 g chromanu draselného a baňku doplníme asi do dvou třetin vodou. Baňku uzavřeme špuntem a roztok dobře protřepeme. (Dokud se nám nerozpustí chroman draselný.) Po té střičkou doplníme roztok přesně po rysku a opět protřepeme.

# Úkol č. 6: Stanovení titru asi 0,02M roztoku dusičnanu stříbrného

stanovení titru – stanovení přesné látkové koncentrace odměrného roztoku

odměrný roztok – roztok o známé přesné látkové koncentraci sloužící ke kvantitativnímu stanovení analyzované látky

Titrace patří ke kvantitativním analytickým metodám. Její princip spočívá v tom, že k roztoku látky, jejíž množství popř. koncentraci máme stanovit, přidáváme odměrný roztok. Odměrný roztok přidáváme tak dlouho, dokud nedojde ke kvantitativnímu průběhu reakce. Konec titrace poznáme nejčastěji podle barevné změny tzv. indikátoru, který přidáváme ke zkoumanému vzorku před titrací. Při stanovení titru tomu však může být naopak – k roztoku o známém složení a koncentraci přidáváme z byrety roztok, jehož přesnou koncentraci máme stanovit.

**Chemikálie:**

chlorid sodný

chroman draselný roztok 10%

dusičnan stříbrný roztok 0,02M (připravený v úkolu 3)

destilovaná voda

**Pomůcky:**

titrační baňka

odměrný válec

pipeta 1 cm3

byreta

**Postup:**

Navážíme asi 0,029 g chloridu sodného (přesnou navážku si poznamenáme), který rozpustíme v 50 cm3 destilované vody a přidáme 1 cm3 roztoku chromanu draselného. Titrujeme roztokem dusičnanu stříbrného do červenohnědého zbarvení. Titraci provedeme třikrát.

|  |  |
| --- | --- |
| Navážka: | 0,031 g |
| Objem titrace: | 30,4 ml |

nNaCl = m : M = 0,031 g : 58,44 g.mol-1 = 5,3.10-4 mol

nAgNO3 = nNaCl = 5,3.10-4 mol

C = n . Vt = = 5,3.10-4 mol . 0,0304 = 0,0174 M

# Úkol č. 7: Stanovení chloridových iontů ve vzorku

Srážecí titrace, mezi které stanovení chloridů podle Mohra patří, jsou založeny na srážecích reakcích, které patří mezi reakce vylučovací, což jsou rekce, při kterých se alespoň jeden produkt vyloučí buď ve formě sraženiny (srážecí reakce) nebo ve formě plynu. Stanovení chloridů podle Mohra patří mezi argentometrické analýzy.

**Chemikálie:**

chroman draselný roztok 10% destilovaná voda

dusičnan stříbrný roztok o známé koncentraci (asi 0,02M) vzorek vody

**Pomůcky:**

titrační baňka

odměrný válec

pipeta 1 cm3

byreta

**Postup:**

Do titrační baňky odměříme 100 ml půdního výluhu a přidáme 1 ml chromanu draselného. Titrujeme dusičnanem stříbrným do červenohnědého zbarvení. Titraci provedeme třikrát.

[cg(Cl–)] = mg.kg-1



Vt = objem titrace

Chemické rovnice:

AgNO3 + Cl- → AgCl + NO3-

AgNO3 + NaCl → AgCl + NaNO3

2AgNO3 + K2CrO4 → Ag2CrO4 + 2KNO3