

## Chemie – úloha č. 12



Autor: Tomáš Feltl

## Stanovení obsahu vápenatých iontů v minerální vodě

### Cíle

Stanovení koncentrace vápenatých iontů v minerální vodě a porovnání získané hodnoty s hodnotou uváděnou výrobcem.

### Zadání úlohy

S využitím iontově selektivní elektrody (ISE) zjistíte koncentraci  $\text{Ca}^{2+}$  iontů ve vzorku minerální vody.

### Pomůcky

PASCO ISE:  $\text{Ca}^{2+}$  (CI-6727), PASCO rozhraní pro připojení elektrody s teplotním čidlem (PS-2147), datalogger PASCO SPARK či Xplorer GLX, popř. USBlink a počítač se SW SPARKvue, odměrný válec 50 ml, pipeta (1–10 ml), mikropipeta (100  $\mu\text{l}$ ), kádinka 150 ml, kádinka 400 ml na odpad, odměrná baňka 100 ml (4 $\times$ ), odměrná baňka 50 ml, stojan, svorka pro uchycení elektrody, buničitá vata, stříčka s destilovanou vodou, chemikálie (dest. voda, 0,1 M  $\text{CaCl}_2$  (14,7 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  na 1 l), KCl), vzorek minerální vody s uvedeným obsahem  $\text{Ca}^{2+}$  iontů, popisovač (líhový fix), pracovní návod, pracovní list

### Teoretický úvod

**Vápník** kolem sebe nalezneme v řadě sloučenin. Některé z nich tvoří přímo celá pohoří (sádrovec, vápenec, dolomit, apatit, ...), jiné jsou třeba **součástí živých organismů**. Najdeme ho třeba ve **schránkách** plžů, mlžů, u korálnatců a dalších.

V našem vlastním těle je nejvíce vápníku vázáno v **kostech a zubech** (asi 99 %). Velice důležitý je ovšem vápenatý kationt prakticky pro každou buňku. Proto je přítomen nejen v buňkách, ale také ve formě iontů v tělních tekutinách.

Při výstavbě kostí je nezbytný nejen vápník, ale také další prvky jako např. hořčík, mangan a fosfor. Metabolismus vápníku souvisí i s dalšími látkami, jako je **vitamín D** a **laktát**. **Vápník ovlivňuje** také funkci **srdce, svalů, nervové soustavy, jater, ledvin, slinivky**, nebo se podílí na procesu **srážení krve**. Zajímavé je, že i na buňčné úrovni hraje vápenatý kationt neméně důležitou roli, a to v celé řadě **regulačních procesů** (např. aktivace enzymů) a podílí se na přenosu signálů uvnitř buňky.

V případě **nedostatku vápníku** je jedním z nejčastějších projevů tzv. „řídnutí kostí“ – **osteoporóza**. Uvádí se, že určitým stádiem osteoporózy u nás trpí každý pátý člověk. Jak jsme již uvedli, vápenaté ionty jsou nezbytné pro každou buňku. Náš organizmus „sleduje“ koncentraci tohoto iontu a při nedostatku vápníku doplní chybějící množství právě z kostí. Dlouhodobější úbytek vápníku z kostí má za následek úbytek pevnosti kostí – snadněji se tvoří zlomeniny a ty se pak hůře hojí. Vývoj osteoporózy ovlivňuje celá řada faktorů – množství vápníku v potravě (doporučená denní dávka 800 mg), dostatek hořčíku a manganu, hormonální rovnováha (např. rozvoj u žen po přechodu), kojení (tvorba mléka), pohyb a další.

Klasickým zdrojem vápníku v potravě jsou **mléčné výrobky** (mléko, sýry). Značné množství je ale také obsaženo třeba ve **vejcích**, ovesných vločkách a fazolích.

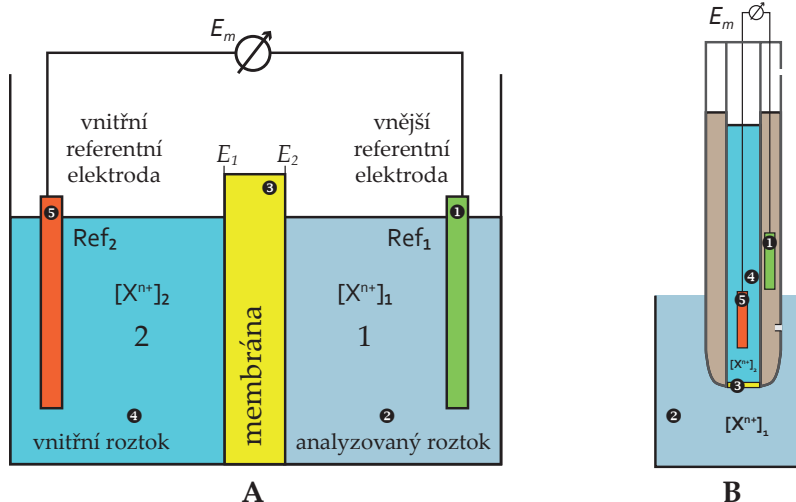
Dlouhodobý nadbytek vápníku může na druhou stranu vést ke **kalcifikaci** určitých měkkých tkání, k tvorbě žlučových či ledvinových kamenů a ke zbytnění cévních stěn.

evropský  
sociální  
fond v ČR

EVROPSKÁ UNIE

MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,  
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVYOP Vzdělávání  
pro konkurenceschopnost

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



Obr. 1: Schéma konstrukce iontově selektivní elektrody (ISE). Schematické znázornění (A) následuje možné provedení kombinované elektrody (B). Zacházení s kombinovanou elektrodou je jednodušší již tím, že máme na stole méně propojovacích kabelů a pracujeme pouze s jedním „kusem“.

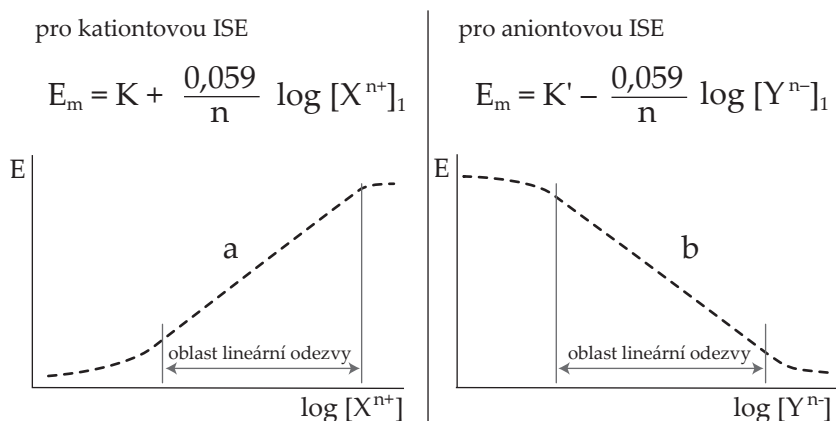
takové elektrody, které jsou citlivé na ionty a jsou více či méně selektivní pro jejich určité druhy. Většina jich je založena na vzniku **membránového potenciálu**. Princip konstrukce a funkce těchto elektrod si přiblížíme s využitím obr. 1.

Když od sebe oddělíme dva roztoky 1 a 2, obsahující ionty o různé koncentraci, pórovitou přepážkou (**membránou**), budou ionty touto přepážkou procházet z jednoho roztoku do druhého tak, aby se pro všechny ionty postupně ustavila rovnováha a roztoky přitom zůstaly elektroneutrální. Protože rychlost průchodu různých iontů přepážkou je různá, na přepážce se vytvoří **potenciálový spád**. Mezi rozhraními s roztoky 1 a 2 vznikne potenciálový rozdíl zvaný **membránový potenciál**. Když je membrána polopropustná, tj. mohou-li skrze ni procházet jen některé druhy iontů, nazývá se vzniklý potenciálový rozdíl **Donnanův potenciál**.

Pokud bychom měli v ideálním případě membránu propustnou jen pro jediný druh iontů, odpovídal by **potenciálový rozdíl** poměru koncentrací tohoto iontu v roztocích 1 a 2. V takovém případě by se při známé koncentraci v roztoku 2 mohla změřením membránového potenciálu specificky stanovit koncentrace v roztoku 1. Jsou-li koncentrace iontu na obou stranách membrány stejné, jsou stejné i potenciály  $E_1$  a  $E_2$  a  $E_m = 0$ .

V ISE je vždy jedna strana membrány v kontaktu s referentním (vnitřním) roztokem o konstantní koncentraci stanovovaného iontu, v němž je ponořena vnitřní referentní elektroda. Druhá strana membrány je v kontaktu s analyzovaným roztokem se stanovovanou koncentrací, v němž je ponořena vnější referentní elektroda. Pro iont pak platí rovnice uvedené na obr. č. 2.

Závislost potenciálu na logaritmu koncentrace bývá lineární přes několik koncentračních řádů (typicky asi od  $10^{-5}$  do  $10^{-1}$  mol/l), analyticky lze ISE využít pro stanovení iontů typicky v koncentracích od asi  $10^{-6}$  do 1 mol/l.



Obr. 2: Vztah pro výpočet membránového potenciálu ( $E_m$ ) u kationtové a aniontové ISE ( $K, K'$  – konstanty,  $[X]$  – koncentrace sledovaného iontu,  $n$  – náboj). U kationtové ISE s rostoucí koncentrací potenciál roste (a), u aniontové ISE naopak klesá (b).

Naším analyzovaným materiálem bude **minerální voda**. V **pitné vodě** by se měla koncentrace vápenatých iontů pohybovat v rozmezí 40–80 mg/l. Přítomnost vápenatých iontů přímo souvisí s tzv. **tvrdostí vody** (tato problematika je zpracována v navazujícím cvičení č. 13 „Stanovení částečné přechodné tvrdosti vody“).

Koncentrace vápenatých iontů je stanovitelná hned několika způsoby (vážkovou analýzou, manganometricky, chelatometricky, spektrometricky, elektrochemicky). V našem případě jsme zvolili **elektrochemickou metodu**, při které využijeme **iontově selektivní elektrodu (ISE)**.

Ionově selektivní elektrody jsou

V praxi ovšem do naší teorie vstupuje řada faktorů, které výsledný změřený potenciál ovlivňují. Některé je možné eliminovat pouze tzv. **kalibrační elektrody**, kdy proměříme potenciály **roztoků o známé koncentraci** sledovaného iontu. Jiné, jako třeba **interferující ionty**, na které elektroda také reaguje, je třeba z měřeného roztoku předem odstranit nebo maskovat.

## Bezpečnost práce

Pracujte pečlivě a v souladu s pracovním návodem. Dbejte zvýšené opatrnosti a s chemikáliemi zacházejte vždy v souladu s instrukcemi na obalu. Nikdy nepipetujte ústy. V laboratorii používejte ochranné brýle, plášť a případně další pomůcky v souladu se správnou laboratorní praxí. CaCl<sub>2</sub> (Xi, R 36, S 2-22-24)

## Příprava úlohy

Úloha umožňuje pracovat paralelně na několika částech. Ideální jsou tříčlenné pracovní skupiny. První žák pracuje na bodu č. 1 – **Příprava kalibračních roztoků**. Druhý žák připraví **roztok pro úpravu iontové síly** – bod č. 2. Třetí žák se věnuje **problematické zapojení HW a nastavení SW** – bod č. 3. Další body (4, 5 a 6) realizují žáci společně.

## Postup práce

Snažte se pracovat co nejpřesněji. Velice důležitá je čistota chemického nádobí. Úlohu můžeme rozdělit do několika kroků:

### 1) Příprava kalibračních roztoků

- a) Připravte si čtyři 100 ml odměrné baňky a označte si je čísly 1–4. Postupně do jednotlivých baněk napipetujte následující objemy 0,1 M zásobního roztoku CaCl<sub>2</sub> a baňky č. 1–3 doplňte do 100 ml (po rysku) destilovanou vodou:

Odm. baňka č.	4	3	2	1
Výsledná koncentrace Ca <sup>2+</sup> [mol/l]	0,1	0,01	0,001	0,0001
V (zás. roztok) [ml]	100	10	1	0,1
Doplnění dest. H <sub>2</sub> O po rysku [ml]	Pracujte přímo se 100 ml zásobního roztoku		Doplňte dest. H <sub>2</sub> O po rysku.	

### 2) Příprava roztoku pro úpravu iontové síly (ISA)

- a) Pro úpravu iontové síly všech měřených roztoků budete potřebovat roztok 4 M KCl. Spočítejte, kolik KCl budete potřebovat k přípravě 50 ml 4 M roztoku, je-li  $M(\text{KCl}) = 74,6 \text{ g/mol}$ .
- b) Připravte výše uvedený roztok. (K jeho přípravě použijte 50 ml odměrnou baňku.)

### 3) Zapojení elektrody a nastavení

- a) Ověřte si u vyučujícího, že je vaše elektroda připravena k použití. (Musí být řádně naplněna plnicím roztokem, nikde na rozhraní nesmí být bublinky, membrána ve spodní části nesmí být viditelně poškozená.)
- b) Přejděte na část návodu „Nastavení HW a SW“.

### 4) Proměření kalibračních roztoků a vzorku minerální vody

- a) Přejděte na následující část „Vlastní měření“.

### 5) Sestavení kalibrační přímky a výpočet neznámé koncentrace



evropský  
sociální  
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



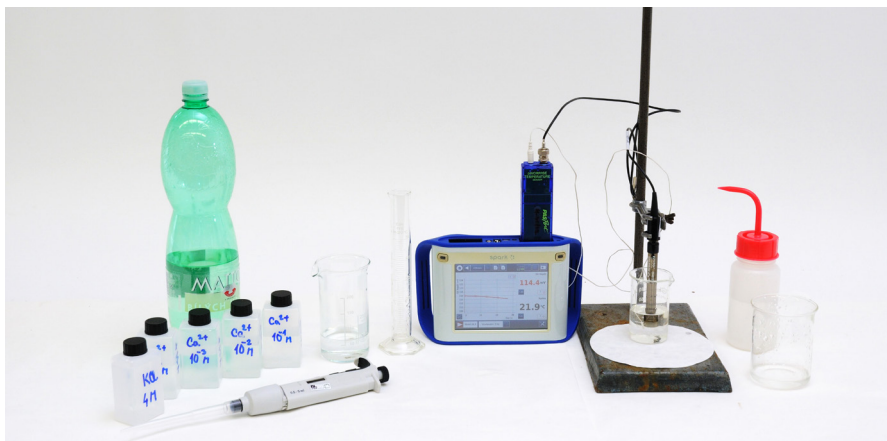
MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,  
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání  
pro konkurenceschopnost

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Nastavení HW a SW



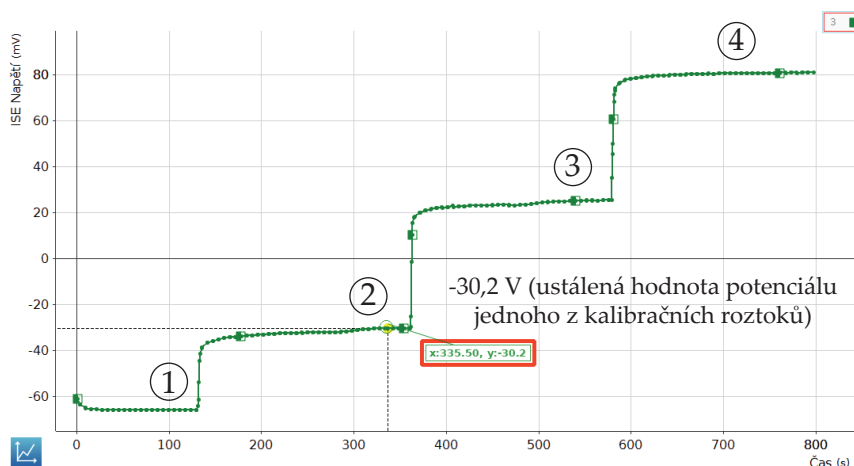
Obr. 3: Aparatura sestavená na stole s roztoky

- 1) S dataloggerem PASCO SPARK propojte rozhraní pro připojení elektrody („Precision pH and Temperature plus ORP/ISE Amplifier“, PS-2147).
- 2) Pomocí BNC konektoru připojte elektrodu. Po nasunutí konektoru pootočením objímky konektor zajistěte.
- 3) Na vašem dataloggeru SPARK si otevřete soubor **ch12-Ca\_v\_mineralce-sablona.spk**.

## Vlastní měření a záznam dat

- 1) Spusťte měření kliknutím na tlačítko *Start*. (Protože zaznamenáváte časový průběh v mV do grafu, můžete spustit měření již nyní a vypnout ho až v úplném závěru této části.)
- 2) Vyměňte elektrodu ze skladovacího roztoku.
- 3) Měření začněte s kalibračním roztokem o nejnižší koncentraci (roztok č. 1).
- 4) Do čisté 150 ml kádinky přelijte kalibrační roztok a přidejte 2 ml roztoku pro úpravu iontové síly (ISA).
- 5) Pečlivě elektrodu opláchněte destilovanou vodou. Tělo elektrody, nikoli však membránu dole (!), osušte kouskem buničité vaty.
- 6) Ponořte elektrodu do kalibračního roztoku tak, aby se nedotýkala dna (pozor na poškození membrány!). Lehce elektrodou roztok promíchejte a pak ji upněte do držáku. Zkontrolujte, zda na membráně nezůstaly bublinky, pokud ano, znovu lehce elektrodou roztok promíchejte. Následně vyčkejte ustálení měřené hodnoty.
- 7) Po ustálení hodnoty si přímo v dataloggeru, v pravé dolní části, **naměřený potenciál poznamenejte**. (Nepřerušujte přitom záznam dat, ten je stále spuštěn.)
- 8) Vyměňte elektrodu z roztoku a postup od bodu č. 4 zopakujte postupně s kalibračními roztoky 2, 3, 4.
- 9) Nepřerušujte záznam měření. Všechny hodnoty tak budou zaznamenány v jednom grafu (obr. 4)
- 10) Obdobným způsobem změřte **vzorek minerální vody**. (Abyste zabránili tvorbě bublinek na povrchu elektrody v případě perlivých vod, nechte vzorek předem odstát.)
  - a) Do čisté kádinky odměřte ve válci 50 ml minerální vody a přidejte 1 ml roztoku ISA. (Oproti kalibraci pracujte s polovičním množstvím.)
  - b) Vyčkejte ustálení hodnoty.
  - c) Pokud vám zbývá dostatek času, proveďte ještě stejný postup s „kohoutkovou vodou“ ve vaší laboratoři.
  - d) Všechna měření je dobré provést alespoň dvakrát.

- 11) Na dataloggeru PASCO SPARK stiskněte tlačítko *Stop*.
- 12) Soubor si uložte pod vlastním názvem pro další analýzu a případný tisk protokolu.



Obr. 4: Ukázka časového záznamu z průběhu kalibrace ISE. Každý „skok“ odpovídá jednomu kalibračnímu roztoku (1-4).

### Analýza naměřených dat

- Již v průběhu jednotlivých měření jste si zaznamenávali jednotlivé ustálené hodnoty. Nyní sestavte z naměřených hodnot u roztoků o známé koncentraci (kalibrační roztoky) kalibrační přímku.
- Následně z kalibrační přímky dopočítejte koncentrace  $\text{Ca}^{2+}$  v minerální vodě, a případně v „kohoutkové vodě“.
- K sestavení kalibrační přímky a k výpočtům koncentrací je vhodné využít soubor **ch12-Ca\_v\_mineralce-kalibrace\_a\_vypocty.xlsx**. (Soubor je dostupný na portálu [www.expoz.cz](http://www.expoz.cz).)

### Informační zdroje

- <http://cs.wikipedia.org/wiki/V%C3%A1pn%C3%ADk>
- [http://www.wikiskripta.eu/index.php/Ionty\\_v\\_pitn%C3%A9\\_vod%C4%9B](http://www.wikiskripta.eu/index.php/Ionty_v_pitn%C3%A9_vod%C4%9B)
- GREENWOOD, N a Alan EARNSHAW. *Chemie proků*. 1. vyd. Praha: Informatorium, 1993. ISBN 80-85427-38-9.
- [http://cs.wikipedia.org/wiki/Chlorid\\_v%C3%A1penat%C3%BD](http://cs.wikipedia.org/wiki/Chlorid_v%C3%A1penat%C3%BD)
- Vyhláška č. 252/2004 Sb  
(dostupná např. na adrese <http://www.tzb-info.cz/pravni-predpisy/vyhlaska-c-252-2004-sb-kterou-se-stanovi-hygienicke-pozadavky-na-pitnou-a-teplou-vodu-a-cetnost-a-rozsah-kontroly-pitne-vody>)