

## Ověření obsahu vitamínu C

### Cíle

Seznámení s potenciometrickými redoxními titracemi na příkladu stanovení obsahu vitamínu C v různých zdrojích.

### Zadání úlohy

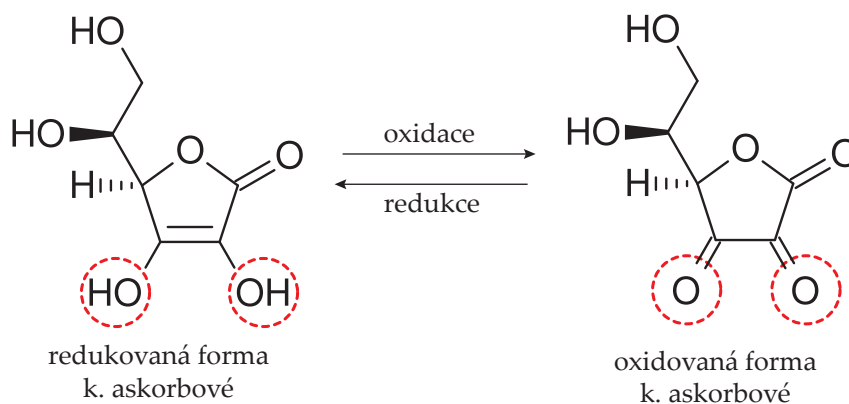
S využitím redoxní jodometrické titrace (ORP elektrody) stanovte koncentraci kyseliny askorbové v několika různých vzorcích.

### Pomůcky

PASCO rozhraní pro připojení elektrody s teplotním čidlem (PS-2147), PASCO oxidačně-redukční čidlo – ORP elektroda (CI-6716), datalogger PASCO SPARK, popř. Xplorer GLX nebo PASCO USBLink, odměrná baňka 50 ml, odměrný válec 50 ml, kádinka 100 ml, pipeta 1–5 ml, byreta 20 ml, stojan, svorka pro uchycení elektrody, magnetická míchačka s míchadlem, stříčka s destilovanou vodou, třecí miska s tloučkem, chemikálie (KI, 0,05 M roztok  $I_2$ , 0,017 M roztok  $K_2Cr_2O_7$ , 0,1 M roztok  $Na_2S_2O_3$ , 10% roztok  $H_2SO_4$ ), experimentální materiál – tableta vitamínu C (Celaskon), pomerančový džus, popisovač (lihový fix), pracovní návod, pracovní list

### Teoretický úvod

Chemické děje můžeme rozdělit podle různých kritérií. Hovoříme tak o reakcích acidobazických, srážecích, redoxních a dalších. V tomto praktickém cvičení se zaměříme na **reakce redoxní**. Zvláštní pozornost si jistě zaslouží redoxní reakce odehrávající se v živých organizmech. Redoxními ději je protkána celá řada **metabolických drah**. Bez oxidace a redukce by nemohlo probíhat např. štěpení lipidů, získávání „energie“ v dýchacím řetězci, fotosyntéza a celá řada dalších životně důležitých dějů.



Obr. 1: Kyselina askorbová v redukované a oxidované formě

Na druhou stranu je třeba některým redoxním reakcím zabránit. Typicky se jedná o **nežádoucí působení oxidačních činidel**, které mohou svým působením na nevhodném místě buňku poškodit. (Nebezpečné je poškození např. na úrovni DNA.) Proto jsou pro buňku důležité látky, kterým říkáme **antioxidanty**, protože jsou schopny nežádoucí oxidaci zabránit.

Mezi antioxidanty patří celá řada přírodních barviv a také některé **vitamíny**. Jedním ze zástupců vitamínů s antioxidačním působením je právě **vitamín C** neboli **kyselina askorbová**. Jedná se o látku, která je pro lidský organizmus **esenciální** (tzn., že naše tělo si tuto látku nedokáže vyrobit a musí ji přijímat v potravě). Kyselina askorbová je nutná pro správný průběh řady metabolických reakcí u rostlin i živočichů (často zastává funkci tzv. **kofaktoru** enzymů – viz úloha č. 16).

Následující obrázek znázorňuje kyselinu askorbovou v oxidované a redukované formě.

Ke studiu redoxních vlastností kyseliny askorbové použijeme speciální elektrodu, která je schopna měřit **redoxní potenciál látek** v roztoku (**ORP elektroda**). Pokud bude v roztoku docházet k oxidaci nebo k redukci, bude se redoxní potenciál měnit a my zaznamenáme změnu napětí. Vzhledem k tomu, že o kyselině askorbové víme, že je antioxidantem, budeme roztok kyseliny askorbové titrovat roztokem jodu a sledovat změnu napětí zaznamenanou pomocí ORP elektrody.

## 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 laboratoři používejte ochranné brýle, plášť a případně další pomůcky v souladu se správnou laboratorní praxí.

$I_2$  (Xn, N, R 20/21-50, S 23-25-61)

$K_2Cr_2O_7$  (T+, N, O, R 45-46-60-61-8-21-25-26-34-42/43-48/23-50/53, S 53-45-60-61)

$H_2SO_4$  (C, R 35, S 26-30-45)

## Příprava úlohy

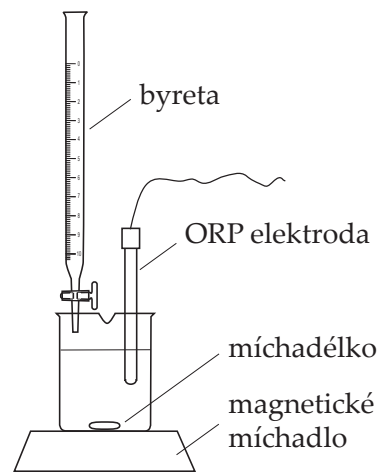
Úloha umožňuje pracovat paralelně na několika částech. Ideální jsou dvoučlenné pracovní skupiny. První žák pracuje na **přípravě titrační aparatury** – bod č. 1, druhý žák **připravuje vzorky** – bod č. 2. Nastavení HW a SW a vlastní titraci provádí následně společně.

## Postup práce

Úlohu můžeme rozdělit do několika kroků:

### 1) Příprava titrační aparatury

- Na stojan upevněte držák a do něj byretu. Pokračujte druhým držákem, ve kterém bude následně upnuta ORP elektroda.
- Pod stojan umístěte magnetickou míchačku. Na ni postavte 100 ml kádinku, ve které budete reakci provádět. Na závěr do kádinky vložte magnetické míchadlo.
- Na tělo ORP elektrody nasadte druhé magnetické míchadélko (je v příslušenství k elektrodě). Upněte ORP elektrodu do držáku. Ověřte si, že elektroda bude při objemu 60 ml dostatečně ponořená, a přitom bude alespoň 1 cm nad dnem kádinky. Pokud tomu tak není, použijte jinou kádinku vhodnější velikosti.
- Naplňte byretu roztokem jodu o známé koncentraci tak, aby byla hladina u hodnoty 0.
- Tím máte titrační aparaturu připravenou.



Obr. 2: Schéma sestavené titrační aparatury

## 2) Příprava vzorků

### a) Vitamínový přípravek:

Rozpusťte vitamínový přípravek v menším množství destilované vody. Kvantitativně roztok převedte do 50 ml odměrné baňky a doplňte vodou po rysku.

Pokud není tableta vitamínového přípravku dobře rozpustná, je vhodné tabletu předem rozetřít v třecí misce. Roztok si označte jako vzorek č. 1.

### b) Džus:

Z čerstvě otevřeného džusu odměřte odměrným válcem 50 ml. Tento vzorek si označte jako vzorek č. 2. Pokud džus obsahuje kousky dužniny, je vhodné ho před vlastní titrací přefiltrovat. Není to ale nezbytné, protože se ukázalo, že s ORP elektrodou můžete měřit i přímo v nefiltrovaném, poměrně hustém vzorku.

### 3) Nastavení HW a SW, vlastní měření – titrace (viz následující části).

## Nastavení HW a SW

- 1) K rozhraní PASCO SPARK připojte rozhraní pro připojení elektrody („Precision pH and Temperature plus ORP/ISE Amplifier“, PS-2147).
- 2) Pomocí BNC konektoru připojte vlastní elektrodu (CI-6716). Po nasunutí konektoru pootočením objímky konektor zajistěte.
- 3) Na svém dataloggeru SPARK si otevřete soubor **ch06-obsah\_vitaminu\_C-sablona.spk**.



Obr. 3: Připravené pracovní místo s již připojenou ORP elektrodou

## Vlastní měření a záznam dat

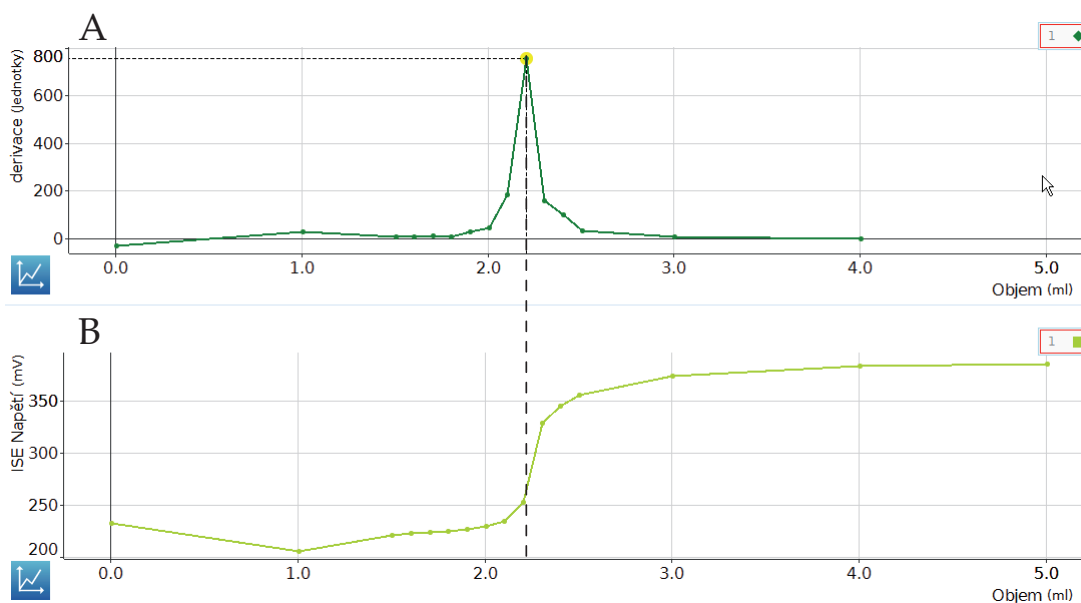
### 1) Vitamínový přípravek:

- a) Do kádinky odměřte 10 ml vzorku č. 1. Přidejte 50 ml destilované vody a poté 5 ml 10% kys. sírové.
- b) Spusťte magnetickou míchačku a nastavte střední otáčky míchání. (Při malých otáčkách by docházelo k nedostatečnému míchání.)
- c) Zkontrolujte, zda je elektroda v míchaném roztoku řádně ponořena.
- d) Na dataloggeru přejděte v otevřeném souboru na druhou stranu. Tam je tabulka, do které se budou naměřené hodnoty postupně zaznamenávat.
- e) Zaznamenávání dat zahajte kliknutím na tlačítko *Start*. Tlačítko se změní na *zelené zatřítítko*. Pokaždé, když budete chtít zaznamenat aktuální hodnotu, klikněte na toto tlačítko. Hodnota se objeví v tabulce a dojde k automatickému přesunutí na další řádek. Před kliknutím na toto tlačítko vždy vyčkejte ustálení hodnoty potenciálu.
- f) Hodnotu odpovídající spotřebovanému objemu titračního roztoku doplňte ručně. (V horní části tabulky klikněte na *tlačítko s tabulkou*. Ze zobrazených nástrojů vyberte *šipku* a klikněte do sloupce s objemem. Poté klikněte na *tlačítko s písmenem T*. Nyní můžete zadat objem odečtený z byrety.)
- g) První titrace je orientační a můžete postupovat po kroku 0,5 ml. (Při druhé a třetí titraci použijte již v oblasti, kde se budete blížit bodu ekvivalence, menší krok.)
- h) V titraci pokračujte několik ml i po dosažení bodu ekvivalence. (Grafický průběh titrace je zaznamenaný na stránce č. 3 ve vašem otevřeném souboru – ukázka na obr. 4.)
- i) Ukončete záznam dat kliknutím na tlačítko *Stop*.

- j) Zreagovaný obsah kádinky zlikvidujte dle instrukcí pedagoga.
  - k) Po prvním orientačním provedení titraci ještě alespoň dvakrát zopakujte.
  - l) Na závěr si nezapomeňte soubor uložit pod svým názvem pro další použití a případný tisk protokolu.
- 2) Džus:
    - a) Džus obsahuje většinou podstatně méně vitamínu C než vitamínový přípravek v předchozí části, a proto budete pracovat s větším objemem původního vzorku.
    - b) Do kádinky odměřte 50 ml vzorku č. 2. Přidejte 10 ml destilované vody a poté 5 ml 10% kys. sírové.
    - c) Další postup je stejný jako v případě vitamínového přípravku (viz bod č. 1b–l).

## Analýza naměřených dat

- 1) K analýze je určena stránka č. 3 ve vašem otevřeném souboru. V dolní části zde vidíte získanou křivku. Označujeme ji jako „**potenciometrickou titrační křivku**“. Prostudujte její průběh. V horní části je graf, na kterém je, díky derivaci spodní křivky (maximum), dobře patrný bod ekvivalence. Na straně č. 4 je pak ještě zobrazena druhá derivace, u které můžeme, v některých případech, bod ekvivalence detekovat lépe než na grafu první derivace.
- 2) Z dostupných grafů odečtete co nejpřesněji objem spotřebovaného titračního činidla. (Využijte tlačítko *Nástroje grafu* a následně *Šipku*. Poté klikněte v grafu na *bod odpovídající dosažené ekvivalenci* a v horní části odečtete spotřebovaný objem jako hodnotu  $x$ ).
- 3) Ze zjištěných údajů dopočítejte koncentrace kyseliny askorbové v původních vzorcích. (Reakce mezi titračním činidlem a kys. askorbovou probíhá v poměru 1:1.) Zkonfrontujte tyto hodnoty s hodnotami udávanými výrobcí.



Obr. 4: Určení bodu ekvivalence – dole klasická potenciometrická titrační křivka, nahoře její první derivace (strana č. 3 v otevřeném souboru na dataloggeru)

## Informační zdroje

- [http://en.wikipedia.org/wiki/Vitamin\\_C](http://en.wikipedia.org/wiki/Vitamin_C)
- <http://en.wikipedia.org/wiki/Iodometry>
- POPL, M. *Instrumentální analýza*. SNTL, 1986