

A. STANOVENÍ POPELA V KASEINU

Pomůcky:

muflová pec s nastavitelnou teplotou, analytické váhy, exsikátor, žíhací kelímek (2x),
lžička

Chemikálie:

kasein

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách zvažte přežíhaný a vychladlý kelímek.
2. Na analytických vahách navažte přibližně 1,5 g kaseinu.
3. Kelímek se vzorkem opatrně spalte nad plynovým kahanem a poté žíhejte v muflové peci 30 minut při 500 °C.
4. Nechte alespoň 5 min vychladnout na kovové síťce.
5. Kelímek přemístěte do exsikátoru, kde jej ponechejte zchladnout na pokojovou teplotu. Kelímek následně zvažte.
6. Žíhání a vážení opakujte do konstantní hmotnosti popela (rozmezí 0,2 mg).

Vyhodnocení a závěr:

Stanovte obsah popela v kaseinu v hmotnostních % dle vztahu:

$$m_{popel} = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100$$

Kde m = navážka vzorku kaseinu v g

m_1 = hmotnost popela v g

m_{tuk} = obsah popela v %

Uveďte obsah popela a srovnajte s hodnotou obsahu popela kaseinu uváděnou v literatuře. Kvalitní kasein by měl obsahovat 2 % popela

B. STANOVENÍ OBSAHU TUKU V KASEINU

Pomůcky:

Erlenmayerova baňka 50 ml, dělička 150 ml (2x), varná baňka 250 ml, teploměr s rozsahem do 100 °C, vaříč nebo elektromagnetická míchačka

Chemikálie:

37% HCl, 96% ethanol, petrolether, kasein

Pracovní postup:

1. Do Erlenmayerovy baňky navažte 3 g kaseinu a přidejte 15 ml HCl a přikryjte zátkou.
2. Na vodní lázni směs zahřívejte na 40 °C do rozpuštění kaseinu.
3. Po úplném rozpuštění roztok zchlaďte a přilijte 10 ml horké vody.
4. Přelijte do dělicí baňky.
5. Erlenmayerovu baňku vypláchněte 40 ml ethanolu a obsah přelijte do dělicí baňky a znovu vypláchněte petroletherem (50 ml), který také přilijte do dělicí baňky.
6. Obsah dělicí baňky důkladně protřepejte (pozor na natlakování aparatury). Spodní vrstvu vypusťte do 250 ml kádinky. Horní vrstvu nalijte do předem zvážené 250 ml varné baňky s varnými kamínky.
7. Spodní vrstvu vraťte zpět do dělicí baňky a přilijte 20 ml petroletheru a 10 ml ethanolu. Protřepejte a petroletherovou vrstvu přidejte do varné baňky.
8. Petrolether odpařte na vakuové odparce.
9. Zbytek petroletheru dosušte v sušárně na chemikálie při 80 °C.
10. Po vychladnutí baňky v exsikátoru ji zvažte.

Vyhodnocení a závěr:

Stanovte obsah tuku v kaseinu v hmotnostních % dle vztahu:

$$m_{tuk} = \frac{m_1}{m} \cdot 100$$

Kde m = navážka vzorku kaseinu v g

m_1 = hmotnost izolovaného tuku v g

m_{tuk} = obsah tuku v %

Uveďte stanovené množství tuku v kaseinu (hmotnostně i procentuálně).

C. ORIENTAČNÍ STANOVENÍ VISKOSITY KASEINU

Pomůcky:

odměrný válec 5 a 50 ml, nálevka, kádinky, teploměr s rozsahem do 100 °C, skleněná tyčinka, stopky, byrety

Chemikálie:

kasein, 27% NH₃

Pracovní postup:

Pracujte v digestoři!!

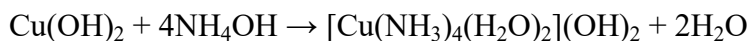
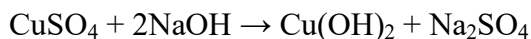
1. Do 150 ml kádinek navažte 0,5; 1,0; 1,5; 2 ... až maximálně 4 g kaseinu (s přesností na 0,1 g), přidejte 20 ml vody a 2 ml NH₃.
2. Směsi za neustálého míchání skleněnou tyčinkou zahřívejte ve vodní lázni na teplotu 60 °C do úplného rozpuštění kaseinu.
3. Připravte si byretu, do níž nalijte ještě teplý kaseinový roztok. Pracujte rychle (všechny roztoky by měly být přibližně stejně teplé).
4. Pomocí stopek stanovte časy, než vyteče vždy 10 ml kaseinového roztoku.
5. Zbytky kaseinového roztoku vylijte z byret, ochlaďte na 30 °C a sensoricky vyhodnoťte za pomoci skleněné tyčinky (sledujte především viskozitu).

Vyhodnocení a závěr:

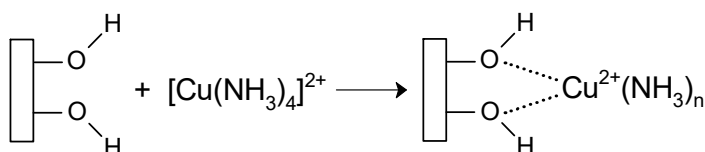
Jako výsledek uveďte graf závislosti koncentrace kaseinového roztoku rychlosti vytékání z byrety. Popište vzhled a chování jednotlivých zchladlých roztoků kaseinu.

Úloha č. 9: MĚDNATÉ HEDVÁBÍ

Princip výroby měďnatého hedvábí byl navržen roku 1857 Eduardem Schweizerem, kdy se čistá celulóza (vata, filtrační papír atd.) rozpouští v roztoku hydroxidu tetraamminměďnatého $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$, který lze připravit podle rovnice:



Vazba mědi na celulózu probíhá dle následujícího schématu:



Rovnováha reakce závisí na pH prostředí. V kyselém prostředí se pak rovnováha posunuje ve prospěch nerozpustné celulózy.

Přístroje a pomůcky:

kádinky, pinzeta, Erlenmayerova baňka (200 - 250 ml, 500 ml), Büchnerova nálevka, filtrační baňka, injekční stříkačka a jehla (kapilára, plastová hadička), pH papírky, kapátko.

Chemikálie:

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, NaOH, NH_3 , H_2SO_4 případně CH_3COOH

Vzorek:

Buničitá vata – obsahuje část tzv. viskózy, což je regenerovaná celulóza

Vatové odličovací tampóny – 100% celulóza

Papírový kapesník - 100% celulóza

Pracovní pláště - 100% celulóza

Pracovní postup:

Příprava Schweizerova činidla:

1. Připravte 250 ml 5% vodného roztoku CuSO_4 . Pro lepší rozpouštění kádinku s obsahem zahřívejte.
2. Připravte 50 ml 8% vodného roztoku NaOH.
3. Roztok NaOH přidejte k roztoku CuSO_4 . Smísením vznikne modrá sraženina $\text{Cu}(\text{OH})_2$.
4. Sraženinu dekantujte destilovanou vodou alespoň 3×, čímž dojde k odstranění rozpustných solí. Sraženinu přefiltrujte na Büchnerově nálevce a následně ji převed'te do Erlenmayerovy baňky. **Nepoužívejte fritu!**
5. Vytvořte nasycený roztok Schweizerova činidla $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$ rozpuštěním sraženiny $\text{Cu}(\text{OH})_2$ v 70 – 100 ml koncentrovaného NH_3 . Sraženinu rozpouštějte v

Erlenmayerově baňce. V případě, že se všechno $\text{Cu}(\text{OH})_2$ nerozpustí, odfiltrujte zbývající sraženinu na fritě, která je pro tento úkol vyhrazena.

Příprava měďnatého hedvábí:

1. Do baňky se 100 ml přefiltrovaného roztoku Schweizerova činidla přidejte 1 g natrhané celulózy (vata, plášť, odličovací tampónky, papírový kapesník aj.).
2. Během 60 min roztok občas protřepejte a sledujte, jak se vzorek rozpouští. Nerozpuštěnou celulózu odfiltrujte na pro tento účel vyhrazené fritě, promyjte vodou a sušte 2 h při 150 °C v sušárně. Pak zvažte a vypočítejte množství rozpuštěné celulózy. V případě, že se celulóza rozpouští pomalu, nechte rozpouštět do příštího cvičení.
3. Připravte 100 ml srážecího roztoku. K destilované vodě přikapávejte H_2SO_4 až do získání kyselého roztoku o pH 2 - 3 (pH kontrolujte pomocí indikátorového papírku)
4. Směs Schweizerova činidla s rozpuštěnou celulórou natáhněte do injekční stříkačky s jehlou a hadičkou. Roztok pomalu vkapávejte do srážecího roztoku.
5. V kyselém roztoku vznikají vlákna měďnatého hedvábí.
6. Vysrážená vlákna odfiltrujte na fritě (Büchnerově nálevce), vysušte 2 h při 150 °C v sušárně a zvažte.

Závěr:

Uveďte vlastní pozorování průběhu reakce, popište výsledný produkt. Uveďte hmotnost vysrážených vláken a procentuální výtěžek vzhledem k původní navážce a vzhledem k rozpuštěné celulóze. Uveďte veškeré potřebné výpočty.