

C7655 Praktikum středoškolské chemie

Návody ke cvičení

Vybrané bezpečnostní pokyny

Po úspěšném absolvování didaktických praktik jsou studenti/ky učitelství chemie schopni samostatně a bezpečně provádět demonstrační i žákovské experimenty ve výuce. V průběhu praktik se seznamujete nejen s experimenty jako takovými, ale i jejich správným provedením. V případě jakýchkoliv nejasností se obraťte na vedoucí cvičení tak dlouho, dokud nebude vše jasné.

Níže je shrnuto několik obecných bezpečnostních pokynů, které popisují vybraná specifika školních chemických experimentů. Vždy platí základní nařízení obsažená v laboratorním řádu.

1. Zapalování připravovaného plynu

Hořlavý plyn obvykle vyvíjíme ve zkumavce opatřené spalovací trubičkou. Před zapálením plynu je nutné počkat dostatečně dlouho, aby vznikající plyn vytlačil všechny vzduch z aparatury. Jinak hrozí nebezpečí prošlehnutí plamene do aparatury.

Při ukončení spalování je vhodné nejprve sfouknout hořící plamen a až následně vytáhnout ze zkumavky zátku se spalovací trubičkou, příp. přerušit zahřívání zkumavky.

2. Zavádění plynu do roztoku činidla

Plyn obvykle připravujeme ve zkumavce opatřené zaváděcí trubičkou, zkumavku často zahříváme. V takovém případě je nutné zkumavku zahřívát rovnoměrně tak, aby nedošlo ke vzkypění reakční směsi do zaváděcí trubičky.

Při ukončení zavádění nejprve: buď odpojíme zaváděcí trubičku, nebo odstraníme roztok, do kterého plyn zavádíme. Až po té přerušíme zahřívání reakční směsi. Po přerušení zahřívání plyn v aparatuře rychle chladne a při nasátí roztoku do vyvíjecí zkumavky obvykle dochází k jejímu prasknutí.

3. Příprava explozivních směsí

Při přípravě směsí složených z oxidovadla a paliva (bengálské ohně, střelný prach a další směsi obsahující především chlorečnany nebo dusičnany) postupujeme následujícím způsobem. Pro nabírání jednotlivých složek směsi bereme vždy čistou lžičku, nesmí dojít ke kontaminaci zásobní lahve oxidovadla palivem. Jednotlivé složky směsi roztíráme samostatně v čistých, suchých třecích miskách. Vlastní smíchání rozetřených složek provádíme na papíře přesypáváním, ne třením (v některých případech je možné míchat protřepáváním v kádince – podle pokynů cvičících). Při tření či jiné nešetrné manipulaci s explozivními směsmi hrozí jejich zahoření.

4. Pozorování experimentů

Při pozorování experimentů s výraznými světelnými efekty je vhodné sledovat pokus periferně, dochází k menšímu oslnění. Na totéž upozorníme žáky při provádění demonstračního pokusu.

Příprava a vlastnosti některých činidel

1. Fenolftalein

Připravuje se jako 1% roztok v ethanolu.

2. Škrobový maz (roztok škrobu)

1 g škrobu suspendujeme v malém množství vody, vzniklou řídkou kaší nalijeme do 100 cm³ vroucí vody, krátce povaříme do rozpuštění škrobu.

Pozn.: Škrob při uchovávání podléhá hydrolyze. Literatura uvádí možnost konzervovat jej přidávkem malého množství (na špičku špachtle) chloridu rtuťnatého, který zvyšuje trvanlivost roztoku. V každém případě je ale vhodné starší roztok před použitím otestovat.

3. Lugolův roztok (roztok jodu)

Jod se téměř nerozpouští ve vodě, připravujeme jeho roztok ve vodném roztoku KI. Navážíme 1,5 g KI a 0,6 g I₂, rozpustíme ve 100 cm³ vody. V případě potřeby je možné měnit koncentraci roztoku. Roztok jodu uchováváme v tmavé nádobě.

4. Fehlingovo činidlo

Připravují a uchovávají se odděleně Fehlingovy roztoky I a II.

Fehling I: 35 g modré skalice rozpustíme v 500 cm³ vody.

Fehling II: 173 g vinanu sodno-draselného (Seignetova sůl) a 52 g hydroxidu sodného rozpustíme v 500 cm³ vody.

Před užitím smícháme stejné objemy roztoků I a II za vzniku tmavě modrého roztoku.

5. Tollensovo činidlo

K 5% roztoku dusičnanu stříbrného ve zkumavce přidáme kapku 10% roztoku hydroxidu sodného, vzniká hnědá sraženina. Za míchání přikapáváme 2% roztok amoniaku právě do rozpuštění sraženiny.

Pozn.: Přebytek amoniaku snižuje citlivost činidla.

Nepoužitě Tollensovo činidlo se musí ihned zlikvidovat, není možné jej uchovávat! Stáním vzniká třaskavé stříbro.

Příprava na cvičení

V rámci přípravy na cvičení se seznámte s jednotlivými návody. Není-li uvedena, vyhledejte v literatuře chemickou podstatu prováděného experimentu (včetně vysvětlení, najdete tedy odpověď na otázku „jak to funguje?“). Zapište rovnice všech probíhajících dějů. Připravte si odpovědi na dotazy uvedené u jednotlivých experimentů. Proved'te všechny přípravné výpočty – nejsou-li udány, je zapotřebí ze stechiometrie reakce vypočítat navážky výchozích látek. U kapalin jsou v laboratoři k dispozici čisté látky (rozpuštědla), resp. koncentrované vodné roztoky (běžné kyseliny, amoniak, peroxid vodíku). Rozmyslete si, jaká množství jakých koncentrací budete pro provedení experimentů potřebovat a dopředu si napočítejte množství konc. roztoků a vody potřebná k jejich přípravě.

Obsahem prvního cvičení budou kromě poučení o BOZP a PO a seznámení s organizací praktika také experimenty níže uvedené pod nadpisem „1. Cvičení“.

1. Cvičení

Několik pokusů s kahanem

Zopakujte si poznatky o konstrukci plynového kahanu a vlastnostech jeho plamene.

1. Do různých částí nesvítivého plamene kahanu vsuneme špejli, pozorujeme.
2. Do studené části nesvítivého plamene vsuneme hlavičku zápalky (průchod horkou zónou musí proběhnout rychle). Dřívko začíná hořet, zatímco hlavička zůstává neporušena. Pro srovnání projdeme hlavičkou zápalky nejteplejším místem plamene, okamžitě vzplane.
3. Tenkou skleněnou trubičkou odvedeme plyn ze studené zóny plamene mimo hořící kužel. Zapálíme plyn na konci trubičky.
4. Pokus provádějte pod dohledem vedoucího cvičení.
Utrhneme si filtrační papír formátu nejméně A5, lépe větší. Papír držíme vodorovně a na několik sekund jej vložíme do plamene Bunsenova kahanu asi 2 cm nad jeho ústí. Papír po 2–3 sekundách vyjmeme, otočíme a sfoukneme případný plamen. Na papíře pozorujeme vypálené mezikruží – vysvětlete jeho původ.
Pozor, mezi ústím kahanu a papírem musí zůstat malá mezera, jinak dochází k udušení plamene. Pokud papír po vytažení z plamene hoří, je nutné okamžitě plamen sfouknout (ne pofoukat, aby se více rozhořel).
Pokus je nutné vyzkoušet pro každý typ papíru, některé se vzněcují rychleji.

Několik pokusů se svíčkou

1. Se svíčkou je možné provést pokusy se špejlí a filtračním papírem, obdobně jako s kahanem (viz body 1. a 4. výše).
2. Svíčku necháme chvíli rozhořet. Připravíme si hořící zápalku a chvíli počkáme, než se v okolí svíčky uklidní vzduch. Prsty druhé ruky (nebo vhodnou zkumavkou) opatrně uhasíme svíčku tak, aby z jejího knotu vystupoval bílý proužek parafinových par. Zápalku vsuneme do stužky par ve vzdálenosti 5–15 cm od knotu. Plamen přeskočí ze zápalky na knot.
Pro zdárný průběh experimentu je zapotřebí vsunout hořící zápalku bezprostředně po uhašení svíčky do klidného, nerozvířeného pramínku parafinu. Je vhodné vypnout digestoř.

Dotazy:

- 1) Popište správný postup zapálení kahanu.
- 2) Popište konstrukci Bunsenova kahanu. Vysvětlete, co je svítivý a nesvítivý plamen, v čem se liší. Jaké další typy kahanů znáte?
- 3) Vysvětlete, jakou funkci plní ve svíčce knot.

Práce se sklem

Zopakujte si z Laboratorní techniky základní poznatky o vlastnostech skla. Ve cvičení si zopakujeme přípravu zaváděcích trubiček, spalovacích trubiček a kapilár, které budeme dále během semestru používat.

Pozn.: pokud není ve škole k dispozici nůž na sklo, je možné jej nahradit hranou korundového kelímku. Vysvětlete tuto skutečnost.

2. Cvičení

Destilace

Připravíme si 10% vodný roztok lihu. Sestavíme destilační aparaturu. Předestilujeme asi 2/3 roztoku. Po zchladnutí provedeme s několika ml destilátu zkoušku zápalnosti (na porcelánové misce). Pokud nehoří, provedeme destilaci znovu, abychom alkohol zakoncentrovali. S destilátem opět provedeme pokus o zapálení.

Poznámky:

Při prvním seznámení s destilací je zapotřebí důsledně kontrolovat záky sestavené aparatury před spuštěním destilace. Kontrolujeme především upevnění a těsnost aparatury, správné zapojení hadic na chladič a jejich umístění (nemělo by hrozit přepálení hadice o plamen kahanu či horkou síťku).

V případě, že není k dispozici dostatek přívodů vody do chladiče, je možné zapojit aparatury sériově – odvod vody z chladiče první aparatury je zároveň přívodem vody do druhé aparatury, z ní voda vytéká do výlevky. Pozor na předčasné rozpojení/vypnutí vody, pokud jedna ze skupin skončí dříve.

Vděčným materiálem k destilaci je krabicové víno – z „červeného“ se oddestiluje líh. Je možné také oddestilovávat vodu: ať už připravovat destilovanou z pitné vody, nebo pro efekt použít barevný roztok (modrá skalice/manganistan/potravinářské barvivo), ze kterého oddestilujeme vodu a tak prokážeme, že dříve odchází těkavější složka.

Dotazy:

- 1) Pojmenujte jednotlivé součásti destilační aparatury. Co je destilační most?
- 2) Popište správný způsob sestavení destilační aparatury.
- 3) Co je to utajený var? Jak mu předcházíme?
- 4) Navrhněte pokus, kterým byste při přípravě destilované vody z pitné žákům prokázali, že skutečně připravují destilovanou vodu (tj. chemicky čistší).
- 5) V čem spočívá výhoda vakuové destilace proti destilaci za atmosferického tlaku?

Příprava monohydrátu síranu tetraamminměďnatého

V třetí misce rozetřeme 5 g modré skalice na jemný prášek. Rozetřenou látku vnášíme po částech do kádinky s 15 cm³ 15% roztoku amoniaku, vždy mícháme do úplného rozpuštění pevné látky. Pro vyloučení produktu přidáme k roztoku za míchání 20 cm³ ethanolu. Směs několik minut mícháme. Vyloučený produkt odfiltrujeme na Büchnerově nálevce, promyjeme (jakým rozpouštědlem?), usušíme krátkým prosátím vzduchu.

Dotazy:

- 1) Jaký typ krystalizace probíhá v této úloze?
- 2) Kdy je vhodné zařadit tuto preparativní úlohu?
- 3) Vysvětlíte, z čeho pochází rozdíl v barvě výchozí látky a produktu.

3. Cvičení: Vodík

Obsluhu tlakové lahve s vodíkem objasní vedoucí cvičení. Na začátek si vyzkoušejte některé z pokusů, které nevyžadují přítomnost dozoru, po rozběhnutí cvičení bude dostatek prostoru k práci s tlakovou lahví.

1. Štěkání

Nejjednodušší provedení do školy: do stojanu upevníme zkumavku s roztokem HCl (mírně zředěný, cca 20%). Do zkumavky vhodíme granulku zinku. Jakmile se vyvíjí vodík, jímáme jej do druhé zkumavky – zkumavku na vodík držíme dnem vzhůru a pouze jí překryjeme ústí zkumavky s reakční směsí. Najímaný vodík zapálíme kahanem – zkumavku je nutné nést dnem vzhůru až ke kahanu, vodorovně ji obrátíme až přímo při vstupu do plamene. Pokud se neozývá charakteristické štěknutí, obsahovala zkumavka málo nebo moc vodíku (štěká výbušná směs vodík-vzduch), jímání opakujeme (zkusíme zkrátit/prodloužit/přisávat vzduch). Na jímání vodíku střídáme dvě zkumavky, abychom nejímali hořlavý plyn do zkumavky, kterou jsme právě vytáhli z plamene kahanu.

Poznámky:

V tomto provedení se uvolňuje relativně málo vodíku, takže je možné je zařadit jako žákovský pokus. Je to výhodné i z toho důvodu, že ne pokaždé se štěknutí podaří hned napoprvé. Žáci mohou pokus sami „vychytávat“ a věnují mu plnou pozornost.

Pro přípravu vodíku působením kyseliny sírové nebo chlorovodíkové na zinek je možné k reakční směsi přidat několik krystalů modré skalice, katalyzuje reakci.

Provedení s tlakovou lahví (přivolejte vedoucího cvičení):

Do demonstrační zkumavky najímáme směs vodík-vzduch. Zapalujeme kahanem podobně jako v předchozím případě. Vždy je nutné po naplnění zkumavky uzavřít přívod vodíku. Kahan musí být umístěn na opačné straně digestoře, než je vývod vodíku z tlakové lahve!

Do druhé demonstrační zkumavky najímáme čistý vodík, zapálíme opět kahanem. Srovnáme a vysvětlíme výsledek obou variant.

Vodík z tlakové lahve jímáme vždy do chladné zkumavky. Pokud si nejsme jisti, vyfoukneme ji ústy nebo vypláchneme vodou.

2. Hořící bubliny (provádějte za dozoru vedoucího cvičení)

Rozměnější plastovou misku naplníme do 4/5 objemu roztokem jaru ve vlažné vodě. Do roztoku zavádíme vodík z tlakové lahve. Tvoří se bubliny, které stoupají vzhůru. Bublíny je možné zapálit špejlí. Pozor, při zapalování bublin musí být vždy uzavřený přívod vodíku, je nutná koordinace dvojice studentů!

Namočíme si ruce a zápěstí v jarové vodě. Připravíme si bubliny z vodíku tak, aby neuletěly z misky, uzavřeme přívod vodíku. Bublíny opatrně nabereme na ruce, ruce natáhneme před sebe a mírně zvedneme (lehce nad úroveň očí). Druhý z dvojice bubliny zapálí špejlí.

Poznámky:

Vlažnou vodu bereme pro větší komfort při druhé variantě pokusu.

Obdobně je možné zapalovat bubliny ze zemního plynu.

Dotazy:

- 1) Vysvětlíte, proč je nutné si před zapálením bublin namočit ruce.

3. Kouzelný filtr

Připravíme po 40 cm³ zředěných roztoků KMnO₄ a K₂Cr₂O₇ (koncentraci volíme tak, aby byly dobře patrné barevné změny – nejasnosti objasní cvičící). Každý roztok okyselíme 10 cm³ 40% kys. sírové. Připravíme si pro každý roztok aparaturu pro prostou filtraci, do špičky hladkého filtru umístíme asi čtvrt lžičky práškového zinku, zinek mírně rozetřeme i po povrchu filtru. Nalijeme roztoky na filtry, necháme si malé množství původních roztoků pro srovnání. Pozorujeme barvu filtrátu.

Dotazy:

- 1) Objasněte rozdíl ve vlastnostech atomárního (nascentního) a molekulového vodíku. Pro lepší demonstraci můžete do obou roztoků před filtrací krátce zavádět molekulový vodík.

4. Atomární vodík podruhé

Připravíme si okyselený roztok dichromanu obdobně jako v předchozím případě (množství volíme dle velikosti promývačky – viz dále). Připravíme si dvě promývačky tak, aby plyn vznikající reakcí v první z nich procházel roztokem ve druhé (hadičkou propojíme olivky promývaček). Nyní do první promývačky umístíme lžičku zinkových granulí. Roztok dichromanu rozdělíme na dvě části, nalijeme do obou promývaček. Promývačky uzavřeme, pozorujeme reakci a objasníme její průběh.

Nezreagovaný dichroman je třeba před likvidací upravit – jak?

5. Vodík hoří, ale hoření nepodporuje

Na špejli připevníme svíčku. Připravíme si zkumavku většího průměru (2 cm) a vyzkoušíme si nanečisto manipulaci se svíčkou – zkumavka musí být dost prostorná, aby bylo možné svíčku zasunout dovnitř. Zkumavku naplníme vodíkem a držíme dnem vzhůru. Nyní do zkumavky vsuneme zapálenou svíčku připevněnou ke špejli (pro lepší manipulaci). Svíčka zhasne. Pokud ji ihned po uhasnutí vysuneme ze zkumavky, plamen opět vzplane. Vodík v ústí zkumavky je v kontaktu se vzdušným kyslíkem, svíčka zapálila vodík, ale v jeho atmosféře uhasíná. Při průchodu zpět hořící zónou svíčka znovu vzplane. Zasunutí a vysunutí svíčky lze několikrát opakovat.

6. Redukční účinky vodíku

Zkumavku naplníme vodíkem. Do zkumavky vsuneme horkou měděnou spirálu pokrytou CuO. Oxid měďnatý se na povrchu drátu vytvoří, pokud drát rozžhavíme v plameni kahanu a po vyjmutí na něj krátce necháme působit vzdušný kyslík – vzniká černý CuO. Horký drát po vyjmutí z plamene vsuneme do zkumavky s vodíkem, dochází ke změně zbarvení.

Pokus je možné provést i kvantitativně (jako demonstrace i lab. cvičení):

Připravíme si aparaturu složenou ze dvou zkumavek: v první, svislé zkumavce budeme vyvíjet vodík. Tato zkumavka bude uzavřena zátkou se zaváděcí trubičkou, trubička musí zasahovat až téměř ke konci druhé zkumavky. Druhá zkumavka bude umístěna horizontálně a v ní bude probíhat vlastní redukce. Nejprve si vše připravíme a vyzkoušíme nanečisto sestavení a těsnost aparatury. Následně do vodorovné zkumavky nabere malé množství (asi čtvrt malé lžičky) práškového CuO, oxid rozprostřeme do tenké vrstvy na dně v zadní polovině zkumavky. Zkumavku upevníme do stojanu. Do druhé zkumavky si připravíme asi polovinu jejího objemu zředěné HCl (1:1 s vodou). Do zkumavky s HCl následně vhodíme dvě granulky zinku, zkumavku ihned uzavřeme zátkou s odvodnou trubičkou a trubičku zasuneme do zkumavky s CuO. Do ústí zkumavky s CuO umístíme malý chomáček vaty

(zachytává vyletující pevné částice). Oxid měďnatý ve zkumavce zahříváme plamenem kahanu asi 10 minut, dokud se nezredukuje veškerý CuO.

Dotazy:

- 1) Kde se průmyslově uplatňují obdobné reakce?
- 2) Popište prováděné reakce rovnicemi, dejte je do souvislosti s pozorováním průběhu experimentu.
- 3) Vznikající měď není zcela čistá. Čím může být kontaminována? Jak by bylo možné ji vyčistit? Na základě odpovědi na tuto otázku navrhnete vhodné zařazení této laboratorní práce.
- 4) Jak by se lišilo pozorování průběhu reakce, kdybychom místo CuO použili PbO?

4. Cvičení: Stanovení peroxidu vodíku

Příprava vzorku: 10 cm³ koncentrovaného roztoku peroxidu vodíku pipetujeme do odměrné baňky objemu 1 dm³, doplníme po rysku, promícháme.

Škrobový maz připravíme krátkým povařením suspenze škrobu ve vodě.

Pro tuto úlohu jsou k dispozici připravené roztoky manganistanu, thiosíranu a jodidu. Ostatní roztoky je zapotřebí připravit.

Před započítáním prací si promyslete pořadí jednotlivých úkonů a rozdělte si v rámci dvojice práci (přípravu společných roztoků), úlohu lze zvládnout za dvouhodinové praktikum.

Manganometrické stanovení peroxidu vodíku

Do titrační baňky pipetujeme 10 cm³ vzorku, okyselíme 10 cm³ 10% roztoku kys. sírové. Titrujeme roztokem manganistanu draselného o koncentraci 0,02 mol·dm⁻³ do prvního stálého růžového zbarvení. Titraci opakujeme třikrát, z průměru spotřeb vypočteme koncentraci peroxidu vodíku v zásobní lahvi (tj. původní, neředěný roztok) v hmotnostních procentech (hustota neředěného roztoku je 1,1 g·cm⁻³).

Jodometrické stanovení peroxidu vodíku

Do titrační baňky pipetujeme 10 cm³ vzorku, zředíme 20 cm³ destilované vody. Ke vzorku přidáme 10 cm³ 10% roztoku jodidu draselného a 5 cm³ kys. sírové zředěné 1:4 (v/v) (pozn.: co znamená v/v? Konzultujte s dozorem). Vzorek necháme 10 – 15 min reagovat. Vyloučený jod titrujeme roztokem thiosíranu sodného koncentrace 0,1 mol·dm⁻³ do světle žlutého zbarvení, pak přidáme 5 cm³ škrobového mazu a modře zbarvený roztok dotitrujeme do odbarvení. Titraci opakujeme třikrát, z průměrné spotřeby vypočteme koncentraci peroxidu vodíku jako při manganometrickém stanovení.

Poznámky:

V uvedeném postupu připravuje vzorek vyučující. Je možné také stanovovat koncentraci peroxidu vodíku v komerčním dezinfekčním přípravku, pak si mohou žáci připravit vzorek sami. Do odměrné baňky objemu 100 cm³ se pipetuje 10 cm³ 3% roztoku z lékárny (jeho hustotu lze aproximovat na 1 g·cm⁻³), doplní se po rysku destilovanou vodou. Takto připravený vzorek je možné použít pro manganometrické i jodometrické stanovení, v obou případech se do titrační baňky pipetuje 10 cm³ vzorku. Se zkušenějšími žáky (např. v semináři) je možné obě stanovení zvládnout během dvouhodinového cvičení, je ale nutné začít jodometrií, kde se během přípravy vzorku čeká.

Častým zdrojem chyb je nedostatečné či žádné promíchání vzorku – žáci vzorek pouze doplní po rysku a hned pipetují, tím pádem mají pro různá stanovení různé koncentrace vzorku a spotřeby se výrazně liší.

Je také vhodné zdůraznit správné používání nádobí v souvislosti s přesností jeho kalibrace – kde používat odměrný válec, kde pipetu, jaké roztoky se připravují do kádinky či Erlenmeyerovy baňky, jaké do odměrné baňky apod.

Dotazy:

- 1) Vysvětlíte rozdíl mezi přímým a nepřímým stanovením (obecně či na příkladu dnešních úloh).
- 2) Na odměrném nádobí najdeme nápisy In a Ex. Vysvětlíte, co znamenají.
- 3) Co je standardizace odměrného roztoku, jak se obecně provádí?

- 4) Proč při jodometrickém stanovení přidáváme jodid draselný odměrným válcem a ne pipetou?
- 5) Diskutujte redoxní vlastnosti peroxidu vodíku.
- 6) Proč se při manganometrickém stanovení nepoužívá žádný indikátor?
- 7) Výsledky manganometrického a jodometrického stanovení H_2O_2 by se měly mírně lišit. Vysvětlete původ těchto rozdílů. Nápověda: na zásobní lahvi konc. peroxidu vodíku je napsáno „stabilizovaný“ – co to znamená?
- 8) Zapište strukturní vzorce thiosíranu a produktu, který z něj při jodometrii vzniká. Určete oxidační čísla všech atomů v těchto látkách obsažených. (obvyklý dotaz z ChO)
- 9) Nádobí bývá po manganometrii znečištěno hnědým povlakem burelu. Jakým způsobem tam burel vzniká? Jak jej lze odstranit? Navrhněte způsob, po konzultaci s vedoucím cvičení proveďte, aby bylo nádobí opět čisté.

5. Cvičení: Prvky 14. skupiny

Stanovení molární hmotnosti CO₂

Varianta 1:

Odvážíme přesně přibližně 0,30 g práškového uhličitanu vápenatého, převedeme jej do frakční baňky (co znamená „přesně přibližně“? Zjistěte a konzultujte s vedoucím cvičení). Pomocí HCl budeme z uhličitanu vyvíjet CO₂, který budeme jímát nad hladinou vody. Sestavíme si aparaturu pro jímání plynu nad kapalinou: frakční baňku uchytíme do stojanu, na olivku nasadíme hadičku. Vedle baňky umístíme skleněnou či plastovou vanu s vodou, do vany postavíme dnem vzhůru odměrný válec objemu nejméně 100 cm³. Válec musí být zcela naplněný vodou (bez vzduchových bublin). Hadici opatříme zaváděcí trubičkou a zavedeme do válce. Frakční baňku uzavřeme přikapávací nálevkou s asi 20% roztokem HCl. Nyní otevřeme kohout přikapávací nálevky a přikapeme dostatečné množství kyseliny k uhličitanu. Pozor, v nálevce vždy musí malé množství HCl zůstat, aby tvořilo kapalinovou zátku a vznikající CO₂ zůstal v aparatuře. Vznikající plyn jímáme do odměrného válce, ujistíme se (lehkým zamícháním baňkou v držáku), že uhličitan zreagoval kvantitativně a žádný neulpěl na stěnách frakční baňky. Odečteme na válci objem uvolněného plynu. Ze získaného objemu, teploty a tlaku v místnosti vypočtete molární hmotnost CO₂.

Poznámky:

Pokus je obvykle prováděn jako laboratorní práce. V žákovském provedení je dostatek času pokus třikrát opakovat pro eliminaci náhodných chyb, v našem praktiku pokus opakujte podle průběhu cvičení.

Zdárné provedení experimentu závisí na navážce CaCO₃, volba větší navážky může znamenat, že objem uvolněného plynu bude větší než objem odměrného válce. Pokud nemají žáci k dispozici váhy s přesností na tisícinu, lépe desetitisíciny g, je možné jim vzorky připravit dopředu a navážky zadat.

Alternativní provedení s jednodušší aparaturou je uvedeno níže.

Varianta 2:

Připravíme si suchou PET lahev objemu 1,5 nebo 2 dm³. Lahev zvážíme (včetně uzávěru). Sestavíme aparaturu na vývin plynu, do frakční baňky navážíme uhličitan nebo hydrogenuhličitan sodný potřebný na přípravu 5 dm³ oxidu uhličitého. Přikapávací nálevku naplníme 20% kyselinou chlorovodíkovou. Vývod frakční baňky opatříme hadičkou, kterou budeme vznikající CO₂ zavádět do zvážené suché PET lahve. Rychlost přidávání kyseliny volte tak, aby reakce ve frakční baňce probíhala svižně, vznikající CO₂ musí vytlačit vzduch z lahve a nesmí mít čas difundovat ven po ukončení reakce. Po ukončení vývinu plynu lahev ihned uzavřeme víčkem a znovu zvážíme. Následně naplníme lahev až po okraj vodou a pomocí odměrného válce zjistíme její vnitřní objem. Ze získaných dat vypočteme $M(\text{CO}_2)$ (je možné použít hustotu suchého vzduchu, která za norm. podmínek činí 1,29 g·dm⁻³).

Poznámky:

CO₂ lze vyvíjet také ze směsi pevného hydrogenuhličitanu a nadbytku pevné kys. citronové. K této směsi přikapáváme vodu, vyvíjí se oxid uhličitý.

1. Příprava oxidu uhelnatého

Do zkumavky nalijeme několik cm³ konc. kyseliny mravenčí a stejný objem konc. kys. sírové. Zkumavku opatříme zátkou se spalovací trubičkou. Zkumavku upevníme do stojanu našikmo,

aby bylo možné ji zahřát. Soustavu mírně zahřejeme kahanem, pozorujeme vývin plynu. Po chvíli (vytlačení vzduchu z aparatury) vznikající plyn zapálíme.

Dotazy:

- 1) Kys. mravenčí v tomto pokusu vystupuje jako oxidovadlo nebo redukovadlo?

2. Příprava a důkaz CO₂, pokusy s vápennou vodou

Oxid uhličitý budeme připravovat v aparatuře na vývin plynu nebo v Kippově přístroji (obsahu objasní vedoucí cvičení).

Oxid uhličitý najímáme do kádinky (dnem vzhůru nebo dolů?) a ověříme, že zhasí špejli.

Do kádinky připravíme vápennou vodu (vodný roztok Ca(OH)₂; připravuje se rozpuštěním odpovídajícího množství pevného hydroxidu vápenatého ve vodě a přefiltrováním vzniklé suspenze). Vápennou vodu zředíme 1:1 destilovanou vodou. Do vápenné vody zavádíme oxid uhličitý, ihned se vylučuje sraženina uhličitanu vápenatého. Po delším zavádění CO₂ se sraženina opět rozpouští. Malé množství vzniklého roztoku přivedeme k varu (např. ve zkumavce), pozorujeme.

Poznámky:

Popsané provedení shrnuje více reakcí vápenatých sloučenin, při provedení je vhodné dbát na správné návaznosti (znalosti chemie vápníku i uhlíku), případně rozdělit pokus na několik samostatných částí.

Existuje množství variací uvedených experimentů. Oxid uhličitý je možné připravovat z přírodních materiálů (nerosty, vaječné skořápky...). Pokud zavádíme plynný CO₂ do vany, ve které hoří různě vysoké svíčky, zhasne nejprve nejnižší svíčka a nejvyšší až nakonec. Tak demonstrujeme, že CO₂ má vyšší hustotu než vzduch. Do vápenné vody je možné zavádět vydechovaný vzduch (např. brčkem). Uhličitan vápenatý se sráží okamžitě, jeho rozpouštění ale trvá dlouho.

Dotazy:

- 1) Zařadte jednotlivé části experimentu k příslušným kapitolám chemie na ZŠ i SŠ.
- 2) Zapište rovnici reakce uhličitanu sodného s kyselinou chlorovodíkovou. Bylo by možné použít uhličitan sodný jako náplň do Kippova přístroje? Zdůvodněte.
- 3) Vysvětlete chemický princip přípravy CO₂. Jaké další plyny připravujeme reakcemi založenými na témže principu?

3. Nafukování balonku

Do nafukovacího balonku vložíme půl lžičky hydrogenuhličitanu sodného (prášek do pečiva). Vybereme si Erlenmeyerovu baňku, na kterou je možné navléci balonek. Do baňky nalijeme asi 20 cm³ octu (nebo zředěné HCl). Navlékneme balonek na hrdlo Erlenmeyerovy baňky a nasypeme jeho obsah do octu. Pozorujeme nafouknutí balonku.

4. Vliv podmínek na průběh reakce

Z měděného drátu připravte spirálu takového průměru, aby bylo možné ji nasunout na plamen hořící svíčky. Svíčka začne čadit. Vysvětlete průběh reakce.

5. Adsorpce a desorpce na povrchu aktivního uhlí

Do baňky objemu 500 cm³ kápneme pět kapek bromu. Baňku uzavřeme a počkáme, až se brom odpaří (můžeme baňku zahřát v dlani). Jakmile je baňka naplněna parami bromu, přisypeme malou lžičku aktivního uhlí, baňku uzavřeme a protřepeme. Hnědé páry mizí, jak se brom adsorbuje na aktivní uhlí. Baňku odzátkujeme a mírně zahřejeme, dochází k desorpci.

Poznámky:

Další varianty s užitím domácích „chemikálií“ viz Školní pokusy 2.

Dotazy:

- 1) Vysvětlete rozdíl mezi adsorpcí a absorpcí.

6. Chemikova zahrádka

V prostorné kádince si naředíme vodní sklo vodou v poměru 1 : 2 – 1 : 3. Po promíchání na dno kádinky házíme krystalky (částice pozorovatelných rozměrů, ne prášek) různých solí – měďnatých, nikelnatých, manganatých, kobaltnatých, chromitých, solí železa. Pozorujeme růst „zahrádky“ a vysvětlíme jeho podstatu.

Poznámky:

Výčet solí není úplný, byly popsány různé použitelné varianty. Je vhodné odzkoušet s těmi solemi, které jsou ve škole k dispozici.

Po provedení pokusu je vhodné kádinky bez zbytečného odkladu důkladně vymýt teplou vodou. Povlak vodního skla po zaschnutí téměř nelze vyčistit. Je proto vhodné, aby žáci ředili vodní sklo přímo v kádinkách, při použití odměrného válce na něj při úklidu často „zapomenou“. Pokus je také možné provádět v přinesených zavařovacích sklenicích.

Pokud se zahrádka nechá zcela vyschnout, voda se odpaří a zahrádka je zakonzervována v skelné hmotě („rostliny“ zůstávají).

7. Reakce vodního skla s HCl

Zkumavku naplníme asi z jedné čtvrtiny vodním sklem. Za protřepávání přidáváme konc. HCl. Vylučuje se gelovitá hmota, z níž lze termickou dehydratací získat oxid křemičitý.

6. Cvičení: Redoxní reakce

Příprava mědi

Do kádinky odměříme 30 cm³ 7% roztoku CuSO₄ (Fehlingův roztok I), přidáme 1 g práškového zinku. Směs za míchání zahřejeme, dokud se původně modrý roztok zcela neodbarví. Tyčinkou rozmělníme hrudky, které vznikly v reakční směsi. Po vychladnutí pomalu, za míchání přilijeme 10 cm³ 1M-HCl. Připravenou měď izolujeme filtrací, na filtru promyjeme dvakrát vodou, usušíme a odevzdáme.

Poznámky:

Běžná preparativní úloha k nácvičku základních laboratorních technik, kombinuje dvě probíhající reakce. Podle vybavení školy a úrovně žáků lze použít prostou filtraci nebo Cu odsát na Büchnerově nálevce.

Dotazy:

- 1) Který jiný kov lze použít místo zinku?
- 2) Je možné na odstranění přebytečného Zn použít HNO₃ místo HCl? Vysvětlete.

1. Redoxní reakce

Roztoky pro následující sérii reakcí připravujeme v takové koncentraci, aby byly dobře viditelné očekávané barevné změny. Např. roztok manganistanu musí být zřetelně fialový, nesmí ale být příliš koncentrovaný, protože by bylo zapotřebí příliš velké množství druhého reaktantu na jeho odbarvení.

Následující reakce provádějte ve zkumavkách, reagují vždy roztoky uvedených látek. Množství roztoků volíme tak, aby průběh experimentu byl dobře pozorovatelný, cca po 3 cm³.

- a) reakce thiosíranu s jodem
- b) reakce siřičitanu s jodem
- c) reakce siřičitanu s okyseleným roztokem manganistanu draselného
- d) reakce siřičitanu s okyseleným roztokem dichromanu draselného
- e) reakce siřičitanu s neutrálním roztokem manganistanu
- f) reakce okyseleného manganistanu s železnatou solí
- g) reakce jodidu s okyseleným roztokem manganistanu
- h) reakce dusitanu s okyseleným roztokem manganistanu
- i) reakce dusitanu s okyseleným roztokem dichromanu
- j) reakce dusitanu s jodidem, okyselíme kys. sírovou – pozor, směs reaguje prudce, pění

Poznámky:

Sada redoxních reakcí není úplná, představuje výběr možných reakcí k demonstraci či k žákovskému provedení (ke zvážení jsou reakce s dichromanem) a k následnému vyčíslení redoxních rovnic. Soubor reakcí je možné různě kombinovat – manganistan v kyselém/neutrálním prostředí, event. dichroman draselný oxidují všechny uvedené substráty. Oxidace peroxidu vodíku a ethanolu jsou popsány jinde. Je vhodné upozornit na souvislosti elektronové struktury (viz ot. č.1) a redoxních vlastností jednotlivých částic. Oxidační i redukční účinky dusitanů s ohledem na reakčního partnera demonstrují pokusy h) – j). Podobně lze oxidační i redukční účinky ukázat na příkladu peroxidu vodíku.

Dotazy:

- 1) Zapište elektronovou konfiguraci dusíku a s jejím užitím vysvětlete redoxní vlastnosti dusitanového iontu.

- 2) Čím okyselíme roztoky manganistanu a dichromanu? Proč nepoužijeme HCl?
- 3) V jaké chemické formě se vyskytuje jod v použitém roztoku?

2. Reakce thiosíranu s HCl

Do roztoku thiosíranu sodného pomalu přidáváme zředěnou kys. chlorovodíkovou. Pozorujeme průběh reakce, během které je patrná tvorba koloidních částic síry.

3. Řada napětí kovů

Do zkumavky nalijeme roztok AgNO_3 (1 – 2%). Vhodíme kousek měděného drátku a necháme v klidu stát.

Poznámky:

Tento pokus dobře dokumentuje vzájemnou reaktivitu kovů, protože jsou pozorovatelné obě změny. Jak tvorba kovového stříbra, tak přechod mědi do roztoku (roztok mění barvu z bezbarvé na modrou). Je možné propojit s dalšími vytěšňovacími reakcemi jiných reagentů. Varianta: pokud měděný drát upevníme do zkumavky tak, aby se pouze dotýkal hladiny roztoku AgNO_3 , ale nebyl ponořen do roztoku, začne po chvíli ze špičky drátku vyrůstat stříbrný „strom“.

Obdobně lze provádět různé vzájemné vytěšňování mezi kovy, efektní je např. ponoření zinkového plechu do roztoku dusičnanu olovnatého – na plechu rostou jemné krystaly olova.

4. Hoření pod vodou

Prskavku obalíme silnou vrstvou izolepy tak, aby konec prskavky zůstal volný, neobalený a zároveň aby byla obalená asi $1/3$ – $1/2$ délky prskavky. Prskavku zapálíme a jakmile prohoří do obalené části, ponoříme ji do rozměrnější kádinky s vodou tak, aby byla ponořena jen obalená část prskavky. Prskavka hoří i pod vodou, po prohoření i neobalená část nad hladinou. Pokus provádíme v digestoři, škvařící se izolepa nepříjemně zapáchá.

7. Cvičení

Stanovení počtu krystalových vod v modré skalici

Zvážíme přesně čistý, suchý korundový kelímek. Je-li zapotřebí kelímek umýt, je nutné jej po umytí několik minut žíhat, aby se odpařila veškerá voda, teprve po vychladnutí jej zvážíme. Do kelímku odvážíme přesně přibližně 2 g modré skalice (co znamená „přesně přibližně“, též „asi přesně“? Zjistěte a konzultujte s cvičícím). Kelímek s modrou skalicí umístíme na trianql a žiháme jej, dokud se barva soli nezačne měnit na šedo-bílou. Obsah kelímku promícháme tyčinkou (přidržíme kleštěmi), případné hrudky rozdrtíme. Kelímek dále žiháme do konstantní hmotnosti (to znamená: jakmile je obsah kelímku homogenní prášek téměř bílé barvy, kelímek necháme vychladnout a zvážíme; po dalším několikaminutovém žihání jej znovu po vychladnutí zvážíme; jsou-li hmotnosti posledních vážení přibližně stejné, považujeme reakci za ukončenou, nejsou-li stejné, žihání a vážení opakujeme). Ze získaných hmotností vypočteme hmotnostní zlomek vody v modré skalici a počet molekul krystalové vody. Diskutujte rozdíly proti známé stechiometrii.

Poznámky:

Korundový kelímek je tepelně odolnější než porcelánový, který při prudkém žihání může prasknout.

Bezvodý síran měďnatý je bílý až naředlý prášek. Pokud během žihání materiál získává hnědou barvu, dochází nejen k dehydrataci, ale i k rozkladu samotného síranu. V takovém případě je nutné zahřívát na nižší teplotu (toto se často děje při žihání Mekerovým kahanem).

Alkalické kovy, prvky 2. a 13. skupiny

Manipulace se sodíkem a draslíkem

Alkalické kovy reagují se vzduchem i vodou. Pro manipulaci s nimi používáme čisté, suché pomůcky. Je-li kov pokrytý vrstvou oxidačních produktů, je vhodné jej před vlastním experimentem očistit, tj. nožem odkrojit tenkou povrchovou vrstvičku. Pod ní vidíme čistý, kovově lesklý sodík (draslík) – ukážeme žákům. Manipulaci (krájení) s alkalickými kovy provádíme na filtračním papíře, kterým můžeme připravený kousek i lehce osušit od petroleje. Veškeré zbytky obsahující alk. kovy (i odřezky z povrchu) mohou po odpaření petroleje začít prudce reagovat, obzvláště zůstanou-li obalené filtračním papírem. Je nutné je ihned po ukončení experimentu zlikvidovat. Větší kousky likvidujeme reakcí s ethanolem či isopropylalkoholem, menší kousky vodou. Vodou opláchneme také filtrační papír, na kterém jsme kovy krájeli, důkladné omytí používaného nádobí je samozřejmostí. Manipulují-li s alkalickými kovy žáci, dbejte důsledně na správnou likvidaci všech zbytků.

1. Reakce alkalických kovů s vodou (k pokusu přivolejte vedoucího cvičení)

Na filtračním papíře ukrojíme kousek sodíku velikosti hrachového zrna. Sodík vhodíme do misky/kádinky s vodou. Reagující sodík se pohybuje po hladině. Pozor, ke konci reakce občas dochází k rozprsknutí posledního malého zbytku sodíku. Nepřibližujte se k soustavě, dokud reakce zcela neskončí. Případný vyprsknutý kousek je nutné odstranit (lihem, menší množství houbičkou namočenou ve vodě). V průběhu reakce je třeba dávat pozor na přichycení kuličky sodíku ke stěně nádoby, může dojít k lokálnímu přehřátí a prasknutí. Pohybu sodíku po hladině je možné zabránit. Na hladinu položíme kousek filtračního papíru a nový kousek sodíku položíme na filtrační papír. Sodík se nemůže volně pohybovat a odvádět teplo, proto během reakce vzplane. I v tomto případě může v závěru reakce dojít k rozprsknutí zbytku sodíku.

Draslík reaguje s vodou prudčeji než sodík. Pro reakci opět odřízneme (čistým nožem) kousek draslíku velikosti hrachového zrna. Po jeho vhození do vody dochází k prudké reakci, zapálení vznikajícího plynu a často i k rozprsknutí kovu do okolí.

Poznámky:

Do vody je možné přidat vhodný acidobazický indikátor. Pokus s uchyceným sodíkem se někdy provádí jako „zkáza Titanicu“, kdy z filtračního papíru složíme lodičku a sodík vložíme do ní. Je vhodné umístit sodík co nejbližší dna lodičky, jinak dlouho trvá, než papír nasaje vodou a sodík začne reagovat.

Hoření sodíku, které pozorujeme při provedení s filtračním papírem, lze demonstrovat i samostatně. Malý kousek sodíku zapálíme na spalovací lžičce v plameni kahanu. V rámci Školních pokusů 1 si vyzkoušíme spalování různých prvků v kyslíku.

Dotazy:

- 1) Rovnicemi popište nejen reakce Na/K s vodou, ale i likvidaci oběma alkoholy. Pojmenujte produkty a objasněte jejich acidobazické chování (včetně rovnic).
- 2) Proč se pro likvidaci někdy ethanol nahradí isopropylalkoholem?
- 3) Během pohybu po hladině se sodík i draslík zformují do podoby kuličky. Vysvětlete, proč k tomu dochází a také proč se tato kulička nepotopí pod hladinu vody.
- 4) Vysvětlete, proč draslík reaguje s vodou prudčeji než sodík.

2. Reakce vápníku s vodou

Malý kousek vápníku vhodíme do vysoké zkumavky, která obsahuje alespoň 15 cm vysoký sloupec vody. Pozorujeme.

Dotazy:

- 1) Vysvětlete, proč se soustava během reakce kalí.
- 2) Srovnajte reakci sodíku a vápníku s vodou, vysvětlete rozdíly.

3. Hoření hořčíku

Do kleští uchopíme asi 4 cm dlouhý kousek hořčíkové pásky. Zapálíme kahanem. Pozor, hořící hořčík vydává intenzivní světlo (bezp. pokyny, bod 4). Vzniklý bílý prášek rozpustíme v malém množství vody, přikápneme fenolftalein.

Poznámky:

Teplota hořícího hořčíku je tak vysoká, že při ní dochází k uvolňování vodíku z vody. Proto nelze hořčík „hasit“ vodou, naopak dochází ke zintenzivnění plamene zapálením vznikajícího vodíku. To lze ukázat několika způsoby:

V Erlenmeyerově baňce přivedeme k varu malé množství vody. Jakmile voda vře a z baňky uniká vodní pára, zapálíme hořčíkovou pásku a vsuneme ji do hrdla baňky. Pozor, při kontaktu hořícího hořčíku se stěnou baňky hrozí její prasknutí.

Pro další provedení použijeme hořčíkové hoblinky či špony (Mg dle Grignarda). Na železnou misku nasypeme malou hromádku hořčíku. Zapálíme kahanem, po rozhoření do hořčíku z bezpečné vzdálenosti stříkneme trochu vody ze stříčky.

Dotazy:

- 1) Uvažte možná zařazení tohoto experimentu ve výuce.

4. Barvení plamene

Pokus se ve cvičení neprovádí – je uveden pro inspiraci vzhledem k různým možnostem uspořádání.

Ionty různých kovů vykazují schopnost barvit plamen. Provedení experimentu záleží na vybavení školy. V analytických laboratořích se pro plamenové zkoušky používají platinové drátky opatřené na konci očkem. Do něj se nabere zkoumaný vzorek a vloží do plamene kahanu. Mezi jednotlivými použitými je nutné drátek vyčistit opakovaným namočením v konc. HCl a vyžháním.

Jiné provedení umožňuje přípravu roztoků do zásoby a efektní a přitom rychlé provedení vlastní práce. Vodné roztoky příslušných solí připravíme do malých lahviček s rozprašovačem, např. od dezinfekce, parfému apod. (lze koupit prázdné). Roztoky následně aplikujeme do plamene kahanu.

5. Reakce hliníku s bromem (provádějte za dozoru vedoucího cvičení)

Do zásobní nádoby si natrháme alobal na malé kousky. Do kádinky objemu 100 nebo 150 cm³ nalijeme brom tak, aby se jeho hladina nacházela asi 0,5 cm nad dnem kádinky. Kádinku umístíme na misku s pískem. Do kádinky s bromem vhodíme hrst útržků alobalu, stáhneme ochranné sklo digestoře a pozorujeme. Po chvíli dojde k bouřlivé reakci. Pokud po skončení reakce zbývá v kádince brom, vhodíme další hrst alobalu, abychom jej spotřebovali. Pozor, při vhození alobalu do směsi rozehřáté předchozí reakcí začíná alobal reagovat prakticky ihned.

Poznámky:

Při otvírání lahve s bromem si všimněte vlastností jeho par, jsou těžší než vzduch (páry bromu lze nalít do kádinky, ve které se budou držet).

Likvidace produktů: kádinku umístíme do výlevky a pustíme do ní vodu. Provádíme v digestoři – dochází k hydrolyze produktů za uvolnění štiplavého dýmu. Jakmile reakce s vodou ustane, je možné kádinku normálně umýt, je však nutné ji zkontrolovat, po reakci někdy praskne či se do dna vtaví kuličky nezreagovaného hliníku.

6. Trimethylester kys. borité

Na porcelánovou misku nalijeme malé množství (do 5 cm³) methanolu. Okyselíme několika kapkami (asi 0,5 cm³) konc. kyseliny sírové a přidáme půl malé lžičky kys. trihydrogenborité. Směs promícháme tyčinkou a zapálíme. Pozorujeme zelený plamen, který prokazuje přítomnost boru.

Dotazy:

- 1) Zapište strukturální vzorec trimethylesteru kys. borité.
- 2) Při pečlivém pozorování je patrné, že dým stoupající z hořící směsi je bílý. Čím je tvořený?
- 3) Proveďte stejný experiment s ethanolem místo methanolu. Vysvětlete rozdíly.

7. Aluminotermie (provádějte za dozoru vedoucího cvičení)

Navážíme 1,5 g práškového hliníku a stechiometrické množství oxidu železitého, promícháme. Směs nasypeme na vrstvu písku v odpalovací misce tak, aby vytvořila hromádku. Do hromádky zapícháme prskavku, zapálíme, pozorujeme. Vznikající železo obvykle vytvoří jednu nebo více žhavých kuliček, které je po vychladnutí možné identifikovat pomocí magnetu.

Poznámky:

Pozor, reakce je prudká, může dojít k vylétnutí horkého materiálu z misky.

K zapálení je místo prskavky možné použít hořčíkovou pásku: pásku zapálíme kahanem a kleštěmi vložíme do reakční směsi.

Pro správný průběh experimentu je zapotřebí suchý oxid železitý (vlhký možno vyžítat v kovovém kelímku) a jemně práškový hliník (vhodný je hliníkový pudr, „stříbřenka“). S hliníkem neznámé zrnitosti je třeba experiment vyzkoušet.

Aluminotermie je obecná metoda použitelná k přípravě různých kovů. Z ve školách běžně dostupných oxidů lze použít oxid mangančitý (reakce je rychlejší než s Fe_2O_3 , občas dojde k zapálení směsi jiskrami, které odlétají z prskavky) či oxid titaničitý (reakce je pomalejší, produkuje intenzivnější světelný efekt).

Mimo misku s pískem lze použít misku/kelímek vystlaný vrstvičkou fluoridu vápenatého.

Jiné uspořádání vyžaduje dva kelímky z šamotové hmoty. Do dna prvního kelímku uděláme při přípravě díru jako do květináče. Dno překryjeme filtračním papírem a na něj umístíme reakční směs. Druhý kelímek má plné dno, umístíme jej pod kelímek s reakční směsí (použijeme stojan). Dno druhého (spodního) kelímku vysypeme fluoridem vápenatým. Zapalujeme obdobně jako při předchozím provedení. Pokud vše běží dobře, pozorujeme kapku roztaveného železa, která vyteče dírou z horního kelímku do spodního, kde vychladne.

Dotazy:

- 1) Které kovy je principiálně nemožné získat aluminotermicky?
- 2) Sestavte rovnici magnezitotermické výroby boru.

8. Cvičení: Hydroxyderiváty uhlovodíků, ethery

1. Oxidace alkoholů různými činidly (zvolte si provedení, které neznáte)

a) Do zkumavky nalijeme několik cm^3 methanolu. V plameni kahanu nažhavíme spirálu z měděného drátu. Spirála se pokrývá vrstvou černého CuO. Horkou spirálu ihned ponoříme do methanolu ve zkumavce. Stejný pokus provedeme s ethanolem. Ze zkumavek lze po několikerém opakování experimentu cítit příslušný aldehyd.

b) V malé kónické baňce zahřejeme na elektrickém vařiči 15 – 20 cm^3 ethanolu k varu. V plameni kahanu nahřejeme měděnou spirálu jako v předchozím experimentu (pozor na zapálení par ethanolu, dodržujte bezpečnou vzdálenost hořlavých par a hořícího kahanu). Horkou spirálu vložíme do par ethanolu v horní části baňky. Spirála žhne, na jejím povrchu probíhá katalytická oxidace.

c) 3 cm^3 ethanolu nebo methanolu ve zkumavce oxidujeme manganistanem nebo dichromanem. Provedení: alkohol připravíme do tří zkumavek, do první přidáme několik krystalů manganistanu draselného, zahřejeme. Do druhé přidáme malé množství roztoku manganistanu okyseleného kys. sírovou, zahřejeme. Do třetí zkumavky přidáme roztok dichromanu draselného okyselený kys. sírovou, zahřejeme. Pozorujeme a objasníme barevné změny v jednotlivých zkumavkách.

Poznámky:

Koncentraci roztoků manganistanu a dichromanu volíme tak, aby byly dobře patrné barevné změny.

Reakce dichromanu s parami alkoholu byla v minulosti základem stanovení alkoholu v dechu řidičů.

Sestavte a vyčíslete rovnici oxidace ethanolu dichromanem v kyselém prostředí za vzniku acetaldehydu.

2. Zapálení par lihu

Do plastové lahve objemu 1,5 nebo 2 dm^3 nalijeme malé množství lihu. S lahví chvíli třepeme tak, aby se celý objem lahve nasýtil lihovými parami. Zbylou kapalinu z lahve vylijeme a lahví obrácenou dnem vzhůru chvíli třeseeme. Lahev postavíme na stůl, je možné do ní zmáčknutím nasát trochu vzduchu. K ústí lahve nyní přiložíme zapálenou špejli.

Poznámky:

Pokud experiment opakujeme, přesvědčíme se, že nenaléváme líh do lahve s dohořívajícími zbytky předchozí reakce. Ideální je lahev vypláchnout vodou.

Pokus můžeme provádět venku, kdy lahvi prostrčíme provázek natažený mezi dva stromy. Z lahve tak máme „raketku“ létající po provázku. Pozor, při zapalování nestojíme nikdy přímo za lahví, zapalujeme z boku.

3. Vliv indukčního efektu na reaktivitu alkoholů

Do malých kádinek odměříme po několika cm^3 vody, methanolu, ethanolu, *n*-propanolu a *n*-butanolu. Připravíme si pět stejně velkých (resp. stejně malých) kousků sodíku, velikosti asi poloviny hrachového zrna. Správná manipulace se sodíkem a likvidace zbytků – viz 6. cvičení (alkalické kovy) a komentář vedoucího cvičení. Nyní vhodíme do každé kádinky kousek sodíku, začneme od butanolu, skončíme u vody. Kousky vhazujeme ihned po sobě, abychom porovnali průběh reakcí.

Poznámky:

Název experimentu zcela nevystihuje jeho podstatu. Na průběh reakcí mají vliv i jiné faktory, jako viskozita daného alkoholu, schopnost rozpouštět produkty apod. S ohledem na to, že indukční (a mezomerní) efekt je důležitou součástí středoškolské organické chemie, se jedná o zjednodušení snad akceptovatelné. Elektronové efekty na vazbách jsou pro žáky záležitostí poměrně abstraktní a případné přiblížení experimentem může pomoci lepšímu pochopení problematiky.

Dotazy:

- 1) Zapište rovnice reakcí, pojmenujte organické produkty a komentujte jejich acidobazické vlastnosti.

4. Tvorba komplexu glycerolu

Do zkumavky odměříme asi 1 cm³ roztoku síranu měďnatého o koncentraci 0,2 mol·dm⁻³, přidáme 1 cm³ roztoku hydroxidu sodného koncentrace 2 mol·dm⁻³, promícháme. Vzniká světle modrá sraženina hydroxidu měďnatého. K ní přilijeme 0,5 – 1 cm³ glycerolu, důkladně promícháme. Pozorujeme vznik tmavě modrého roztoku, měďnaté ionty přešly ze sraženiny do roztoku, kde se vyskytují v podobě komplexu s glycerolem.

Dotazy:

- 1) Co tento pokus demonstruje?
- 2) Lze glycerol nahradit jinou látkou/látkami?

5. Samozápalná směs

Na odpalovací plech nasypeme hromádku ze 2 menších lžiček manganistanu draselného, na vrcholku uděláme malý důlek. Na manganistan nalijeme několik cm³ glycerolu. Pro iniciaci plamene je vhodné někde na okraj glycerinu do místa, kde se stýká s pevným manganistanem, kápnout několik kapek vody.

Vznícení můžeme také urychlit předehtím glycerolu ve zkumavce před jeho nalitím na manganistan.

Dotazy:

- 1) Průběh reakce není jednoduchý, vzniká patrně směs více různých produktů. Literatura jako jednu z možností uvádí vznik uhličitanu draselného, oxidu manganitého, oxidu uhličitého a vodní páry. Sestavte a vyčíslete příslušnou rovnici.

6. Acidobazické vlastnosti fenolu

Do zkumavky vložíme fenol velikosti hrachového zrnka. Přidáme 4 cm³ vody a soustavu protřepeme. Následně za míchání přikapáváme 10% roztok NaOH, dokud nevymizí fáze fenolu. Po rozpuštění veškerého fenolu přikapáváme 20% roztok HCl, fenol se opět vylučuje.

Dotazy:

- 1) Vysvětlíte chování fenolu v tomto experimentu.
- 2) Jaká veličina popisuje polaritu molekul?

7. Barevné reakce fenolů

Ve zkumavkách rozpustíme po špetce fenolu, resorcinolu, pyrokatecholu a hydrochinonu v několika cm³ vody. K vzniklým roztokům přikapáme 5% roztok chloridu železitého. Pozorujeme zbarvení jednotlivých roztoků. Je-li zbarvení natolik intenzivní, že se obsah všech

zkumavek jeví podobný, jsou roztoky příliš koncentrované – zředíme je vodou. Podstatou reakce je tvorba komplexních sloučenin fenolů s železitými ionty.

8. Bromace fenolu

Ve zkumavce připravíme vodný roztok fenolu. Přidáme 3 cm³ bromové vody. Dochází k okamžité reakci za tvorby bílé sraženiny tribromfenolu.

Dotazy:

- 1) Který izomer tribromfenolu vzniká?
- 2) Probíhá bromace fenolu ochotněji nebo méně ochotně než bromace benzenu? Zdůvodněte.
- 3) Pokud bychom místo fenolu použili fenolát draselný, probíhala by reakce ochotněji?
- 4) Bromová voda je obvyklým činidlem ve středoškolské organické chemii. Vysvětlete rozdíl mezi reakcí bromové vody s cyklohexenem a s fenolem.

9. Redoxní vlastnosti vícesytných fenolů

Reakcí roztoků AgNO₃ a KBr připravíme sraženinu bromidu stříbrného. Upravíme pH směsi přidávkem několika ml 10% roztoku uhličitanu sodného. Suspenzi převedeme do zkumavky a přidáme špetku hydrochinonu. Pozorujeme tmavnutí zkumavky (vylučuje se kovové stříbro).

Dotazy:

- 1) Jaké je praktické uplatnění této reakce?
- 2) Jsou produkty oxidace vícesytných fenolů aromatické?

10. Odpařování etheru

Na teploměr na baňku se rtutí namotáme smotek vaty. Vatu namočíme do diethyletheru a necháme jej z vaty odpařovat. Pozorujeme a vysvětlíme změnu teploty. Co se stane, když při opakování pokusu budeme vatu zahřívát foukáním vydechovaného vzduchu?

11. Rozpouštění etheru ve vodě

Přestože diethylether a voda jsou nemísitelné kapaliny, dochází v malém množství k přechodu etheru do vody a naopak. To je známo jak z laboratorní praxe (pro některé syntézy je nutné připravovat vody prostá, tj. suchá rozpouštědla), tak i z průmyslu a životního prostředí (kontaminace vod nepolárními organickými látkami). Popsanou skutečnost lze demonstrovat: Do dělicí nálevky odměříme rozumné množství vody a etheru (po 10 – 15 cm³). Baňku uzavřeme zátkou, směs protřepeme. Pozor, ether je velmi těžká látka, při protřepávání vzniká v baňce přetlak. Ten je nutné pravidelně uvolňovat – na začátku ihned po prvním otočení baňkou, následně je možné intervaly prodlužovat. Po protřepání baňku necháme v klidu stát, aby se emulze rozdělila na vodnou a etherovou vrstvu (která je která?). Následně vrstvy oddělíme – vodnou vrstvu odпустíme na porcelánovou misku, etherovou vrstvu do kádinky. Z vodné vrstvy je cítit ether, hořící zápalkou tuto „vodu“ zapálíme, čímž prokážeme přítomnost etheru. Vodu v etherové vrstvě prokážeme vložением malého množství bezvodého síranu měďnatého (připravíme přežiháním modré skalice nebo získáme od skupiny, která vypracovává 6. cvičení).

Likvidace: etherovou vrstvu lijeme do organického odpadu, máme-li malé množství etheru, je možné jej nechat volně odpařit v digestoři.

Dotazy:

- 1) Kam zařadíte tento experiment?

- 2) Jaké látky se v laboratoři používají k sušení (rozpouštědel, plynů, produktů)? Vysvětlete včetně principu sušícího efektu.

12. Zápalnost par etheru (k provedení přivolejte vedoucího cvičení)

Z filtračního papíru si vyrobíme korýtko alespoň 20 cm dlouhé. Do porcelánové misky vložíme několik krystalů manganistanu draselného, zalijeme je 3 – 5 cm³ konc. kyseliny sírové. Vzniká zelený roztok obsahující oxid manganistý. Do malé Erlenmeyerovy baňky si odlijeme velmi malé množství (ne více než 2 cm³!) etheru, baňku zahříváme v rukou, dokud se ether neodpaří. Nyní pomocí korýtka naléváme páry etheru z baňky do misky s oxidem manganistým. Ether vzplane.

Při likvidaci obsahu porcelánové misky postupujte opatrně. Obsah misky spláchněte do výlevky, pozor na jeho rozstříknutí po okolí nešetrným proudem vody.

Dotazy:

- 1) Čím se vysvětluje nízká teplota varu etherů v porovnání s alkoholy? Proč se ethery srovnávají s alkoholy?
- 2) Jakým sledem reakcí se v misce tvoří oxid manganistý?
- 3) Pokusem také ukážeme, že páry etheru jsou těžší než vzduch. Vysvětlete proč.

9. Cvičení: Zmýdelnění tuků, pokusy s mýdlem

Zmýdelnění oleje

Do Erlenmeyerovy baňky objemu 250 cm³ odměříme 23 cm³ rostlinného oleje, přidáme 20 cm³ ethanolu a 25 cm³ 25% roztoku NaOH. Baňku s reakční směsí umístíme do vodní lázně a uchytníme do stojanu. Vodní lázeň zahříváme k varu. Reakční směs udržujeme za stálého míchání při teplotě varu vodní lázně po dobu nejméně 20 min. Vzniká pastovitá hmota obsahující mýdlo, glycerol a nezreagovaný NaOH. Baňku se směsí ochladíme vodou a v ledové lázni. Po ochlazení přidáme 10 cm³ nasyceného roztoku NaCl, důkladně promícháme. Dojde k vysolení mýdla. Podle času je možné použít nepročištěnou suspenzi mýdla, nebo jej odfiltrovat na Büchnerově nálevce, promýt minimálním množstvím ledové vody a použít k dalším experimentům takto získaný produkt.

Pokusy s mýdlem:

Část mýdla rozpustíme v destilované vodě tak, aby vznikl téměř čirý roztok. Pro následující experimenty bereme vždy malé množství roztoku mýdla do zkumavky:

- Roztok mýdla ve zkumavce důkladně protřepeme. Tvoří se pěna.
- K roztoku mýdla ve zkumavce přidáme 3 – 5 kapek oleje. Protřepeme. Tvoří se emulze. Srovnáme s emulzí stejného počtu kapek oleje ve vodě (bez mýdla) – po protřepání se rychle obnovuje fázové rozhraní.
- K roztoku mýdla přikapáváme zředěnou (ca 20%) kys. sírovou. Vylučují se mastné kyseliny v podobě bílé sraženiny.
- Roztok mýdla necháme reagovat s roztoky vápenaté soli a zinečnaté soli. Tvoří se sraženiny. Jaké je jejich složení?

Poznámky:

Větší velikost Erlenmeyerovy baňky volíme kvůli možnému pění reakční směsi.

Nádobí po přípravě mýdla je nutné dobře odmastit organickými rozpouštědly (ethanol, aceton, případně diethylether), a to včetně odměrného válce na nabrání oleje (na ten žáci zapomínají). Příprava mýdla je v literatuře popsána v různých provedeních. Místo oleje je možné vycházet ze sádla, reakční směs ale více pění a manipulace se sádem je méně komfortní.

Podle podmínek ve škole je možné provádět pouze pokusy s mýdlem bez jeho vlastní přípravy. Pro tyto účely je vhodné nastrohat klasické prací mýdlo (typově „mýdlo s jelenem“) a rozpustit ve vodě. Moderní, obzvláště tekutá mýdla často obsahují další příměsi či jiné účinné látky, které negativně ovlivňují průběh reakcí.

Dotazy:

- Proč se do reakční směsi přidává ethanol?
- Co je to vysolení mýdla? Na jakém principu funguje? Podobně lze vysolovat i jiné látky, používá se např. vysolení bílkovin – mechanismus je obdobný. Vysolení lze demonstrovat i s roztokem připraveného mýdla přidávkem nasyceného roztoku či pevného NaCl k roztoku mýdla.
- Vysvětlete chemický princip vyloučení mastných kyselin pomocí kys. sírové. Proč jsou mastné kyseliny nerozpustné ve vodě?
- Vysvětlete, v čem spočívá prací účinek mýdla.
- Má mýdlo lepší prací schopnosti ve tvrdé nebo měkké vodě? Zdůvodněte.
- Mýdlo je uváděno jako běžný prostředek domácí první pomoci při poleptání kyselinou. Zdůvodněte tuto skutečnost, včetně chemické rovnice.

10. Cvičení: Deriváty uhlovodíků II

1. Beilsteinova zkouška

Měděný drát ponoříme do chloroformu či dichlormethanu a vložíme jej do plamene kahanu. Zelené zbarvení plamene je důkazem přítomnosti halogenu v molekule zkoumané látky – plamen je obarvený díky tvořícímu se halogenidu mědi.

Poznámky:

Pokud měděný drát není čistý a sám barví plamen, krátce jej ponoříme do konc. kyseliny dusičné a vyžeháme. Opakujeme, dokud není drát čistý.

Zkoušku lze použít i pro další halogenderiváty, pevné (jodoform) se nanese na měděný drát obdobně jako kapaliny. Plynné můžeme odvádět z reakční soustavy měděnou trubičkou a na jejím konci zapálit.

2. Oxidace benzaldehydu

Do růžového roztoku manganistanu draselného kápneme několik kapek benzaldehydu. Obsah zkumavky protřepeme. Ihned se tvoří hnědé zbarvení burelu.

Na hodinové sklíčko kápneme několik kapek benzaldehydu a necháme stát na vzduchu při laboratorní teplotě. Benzaldehyd se oxiduje vzdušným kyslíkem, po delší době (20 min) se na sklíčku vylučují krystalky kyseliny benzoové.

3. Soli anilina

Ve zkumavce připravíme emulzi 1 cm³ anilinu v 10 cm³ vody. Rozdělíme na dvě poloviny. K první přilijeme 1 cm³ konc. HCl, emulze mizí. K druhé části přikapáváme 1 cm³ kys. sírové, tvoří se bílá sraženina hydrogensíranu anilina, který se v nadbytku kyseliny rozpouští.

4. Bromace anilinu

Ve zkumavce promícháme 2 cm³ anilinu se stejným množstvím bromové vody. Po rozdělení fází pozorujeme odbarvení bromové vody.

Dotazy:

- 1) Rozepište mechanismus bromoční reakce.
- 2) Popsanou reakcí vzniká tribromanilinium-bromid. Vysvětlete, kde se vzal. Jak bychom z něj získali čistý tribromanilin?

5. Příprava azobarviva

Ve zkumavce rozpustíme 2 kapky anilinu v 1 cm³ konc. HCl, přidáme 3 cm³ vody. Vzniklý roztok ochladíme v ledové lázni na teplotu nižší než 5 °C. Přidáme několik kapek 20% roztoku dusitanu sodného. Takto připravenou diazoniovou sůl přilijeme k roztoku 0,2 g fenolu v 1 cm³ 20% roztoku NaOH, který jsme před tím také vychladili v ledové lázni. Vzniká oranžové azobarvivo (*p*-hydroxyazobenzen).

Poznámky:

Fenol je možné nahradit za jiné aromatické deriváty s elektronodorními skupinami, jako např. naftol, *N,N*-dimethylanilin, kys. salicylovou, jsou-li k dispozici.

Dotazy:

- 1) Jakým mechanismem probíhá kopulační reakce? Objasněte roli jednotlivých částic.
- 2) Proč rozpouštíme fenol v hydroxidu?
- 3) Proč je nutné reakční směs chladit?

4) Jaké strukturní uspořádání je zodpovědné za oranžové zbarvení produktu?

6. Vznik plastu z anilinu

V kádince smícháme 2,5 cm³ anilinu s 4 cm³ vody a 3 cm³ konc HCl. Přidáme 7,5 cm³ 38% roztoku formaldehydu (koncentrovaný formaldehyd). Za stálého míchání reakční směs zčervená a během několika minut tuhne. Ztuhlou hmotu lze z kádinky vyjmout.

Poznámky:

Pozor, při tuhnutí směsi může při neopatrné manipulaci dojít ke zlomení tyčinky a pořezání. Poměry reaktantů musí být pečlivě dodrženy, aby došlo k dokonalému zesíťování makromolekuly.

7. Redoxní vlastnosti formaldehydu

Formaldehyd poskytuje pozitivní Tollensovu i Fehlingovu zkoušku. Malé množství (0,5 cm³) 10% roztoku formaldehydu smícháme s Tollensovým činidlem, zahřejeme na vodní lázni. Pozorujeme vznik stříbrného zrcátka. Fehlingovu zkoušku provedeme obdobně (vyberte si jedno nebo druhé provedení).

Dotazy:

- 1) Popište chemismus obou zkoušek.
- 2) K čemu je ve Fehlingově činidle vinan sodno-draselný?
- 3) Jaká částice je zodpovědná za oxidační účinky Tollensova činidla?

8. Příprava aminoplastu

Ve zkumavce se 3 cm³ koncentrovaného (40%) formaldehydu rozpustíme 1 g močoviny. Přidáme kapku konc. HCl a zkumavku zahříváme ve vodní lázni na 80 °C. Po chvíli obsah zkumavky tuhne, dochází ke kondenzační reakci, vzniká aminoplast.

9. Aldolová kondenzace

Ve zkumavce rozpustíme ve 3 cm³ vody 1 cm³ acetonu a 0,5 cm³ 20% roztoku NaOH. Směs protřepeme a zahříváme na vodní lázni. Obsah zkumavky zhnědne, případně zhoustne.

Dotazy:

- 1) Rozepište mechanismus popsané aldolové kondenzace.
- 2) Vysvětlete, proč jsou příslušné vodíky acetonu odštěpitelné působením baze.

10. Příprava jodoformu

Do zkumavky nalijeme 5 cm³ 10% roztoku NaOH a 1 – 2 cm³ ethanolického roztoku jodu. Zkumavku mírně zahřejeme, zbarvení jodu mizí. Po ochlazení se vylučují žluté krystaly jodoformu.

Dotazy:

- 1) Tato tzv. jodoformová reakce je použitelná i analyticky jako důkazová reakce. Jaké další látky jí podléhají?
- 2) Za normálních podmínek je jodoform pevná látka, zatímco jeho obdoba, chloroform, je kapalný. Vysvětlete tuto skutečnost.

11. Cvičení: Titrace II

Argentometrie: standardizace odměrného roztoku AgNO_3

Do odměrné baňky připravíme roztok AgNO_3 o koncentraci $0,02 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$. Primárním standardem pro určení přesné koncentrace roztoku dusičnanu stříbrného je chlorid sodný. Vypočtené množství NaCl navážíme na analytických vahách, rozpustíme v odměrné baňce objemu 100 cm^3 . Pro vlastní titraci pipetujeme do titrační baňky 10 cm^3 roztoku NaCl . Navážku NaCl vypočteme tak, aby se spotřeba $0,02\text{M}\text{-AgNO}_3$ pohybovala okolo 15 cm^3 . Jako indikátor slouží několik kapek 5% roztoku chromanu draselného. Titrujeme odměrným roztokem dusičnanu stříbrného ze žlutého do prvního stálého červenohnědého zbarvení. Titraci opakujeme třikrát, z průměru spotřeb vypočteme přesnou koncentraci odměrného roztoku.

Chelatometrie: stanovení celkové tvrdosti vody

Celkovou tvrdostí rozumíme sumu vápenatých a hořečnatých iontů.

Do titrační baňky pipetujeme 100 cm^3 pitné vody, pH roztoku upravíme přidávkem 20 cm^3 Schwarzenbachova pufru (jeho příprava: $5,4 \text{ g NH}_4\text{Cl}$ rozpustíme v 35 cm^3 konc. amoniaku a doplníme vodou na celkový objem 100 cm^3). Přidáme na špičku špachtle indikátoru Eriochromová čern T (je k dispozici jako směs 1:100 s NaCl). Vínově zbarvený roztok titrujeme roztokem Chelatonu III koncentrace $0,05 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ do modrého zbarvení. Titraci opakujeme třikrát, z průměru spotřeb vypočteme celkovou tvrdost vody v $\text{mmol}\cdot\text{dm}^{-3}$.

Poznámky:

Učitel/ka chemie by měl/a mít přehled o základních typech titračních stanovení. Volbu a počet konkrétních laboratorních cvičení přizpůsobuje podmínkám svého pracoviště (hodinová dotace, vybavení, požadavky ŠVP, zájem žáků atd.). Existuje mnoho atraktivních stanovení použitelných na střední škole, od analýzy vody, potravinářské, farmaceutické analýzy apod. Jejich počet značně převyšuje rozsah našeho cvičení. Účelem praktika je seznámení se základními titračními metodami a jejich provedením. Proto jsou úlohy obsažené v dnešním cvičení zdánlivě neúplné – na standardizaci roztoku AgNO_3 může navazovat stanovení salinity mořské vody, určení obsahu chloridů v pitné vodě či stanovení obsahu solí v bramborových chipsech. Chelatometricky se ve vodě stanovuje obvykle nejen celková tvrdost, ale i obsah jednotlivých iontů – po stanovení celkové tvrdosti se další chelatometrickou titrací stanoví obsah vápenatých iontů, obsah hořečnatých iontů se dopočítá z rozdílu získaných hodnot. Obecně jsou pro žáky atraktivní stanovení látek v předmětech denní potřeby. Titračně lze stanovovat například kyselinu mléčnou v mléce, kyselinu boritou v očních kapkách (borové vodě), kyselinu fosforečnou v Coca-Cole, vitamin C v tabletách, kyselinu acetylsalicylovou v Aspirinu (tato úloha bude obsažena ve Školních pokusech 1), kyselinu octovou v octu (běžná jednoduchá úloha na seznámení s titrací) a mnohé další. Inspiraci lze kromě literatury zaměřené na analytickou chemii hledat i v praktických částech Chemické olympiády, kde se autoři často snaží nabízet zajímavá stanovení a zároveň lze návody považovat za úplné a důvěryhodné (úlohy podléhají recenzi, tudíž „chodí“ tak, jak jsou popsány).

Dotazy:

- 1) Jaké základní látky lze použít pro standardizaci roztoků chelatonu III a manganistanu?

- 2) Proč je „vhodná“ spotřeba pro argentometrii 15 cm³ (to neplatí jen pro argentometrii)? Uvažujte v souvislosti s chybami měření.
- 3) Vysvětlete podstatu indikace bodu ekvivalence u argentometrického i chelatometrického stanovení.
- 4) Co jsou to normanaly, k čemu jsou dobré?
- 5) Chloridové ionty lze srážecí reakcí s dusičnanem stříbrným stanovit dvěma odlišnými metodami: gravimetricky a argentometricky. Vysvětlete, v čem spočívá rozdíl mezi těmito stanoveními.
- 6) Zapište vzorec chelatonu III.
- 7) Z jakého důvodu se při chelatometrickém stanovení přidává amoniakální pufr?

12. Cvičení: Přírodní látky I

1. Důkaz uhlíku a vodíku v organických látkách (sacharose)

Důkaz uhlíku a vodíku spočívá v oxidaci sacharosy oxidem měďnatým a následném důkazu produktů reakce – oxidu uhličitého a vodní páry.

Do zkumavky vpravíme směs sacharosy a práškového CuO v poměru 1:2. Zkumavku upevníme vodorovně do stojanu, do jejího ústí vložíme několik krystalů bezvodého síranu měďnatého (ten připravíme přežláháním modré skalice nebo získáme od skupiny, která vypracovává 6. Cvičení). Zkumavku uzavřeme zátkou s odvodnou trubičkou (tvaru L), která je zavedena do druhé zkumavky s vápennou nebo barytovou vodou (připravíme přefiltrováním suspenze hydroxidu vápenatého, resp. barnatého – viz 5. cvičení, pokus 2.).

Zkumavku se sacharosou zahříváme kahanem, pozorujeme změny v aparatuře. Pozor, před přerušením zahřívání vyndáme zaváděcí trubičku z roztoku vápenné vody (viz obecné pokyny, bod 2).

2. Důkazové reakce bílkovin

Připravíme si následující vodné roztoky: roztok albuminu, roztok želatiny (je vhodné želatinu déle louhovat či roztok zahřát), roztok kaseinu, jako negativní kontrolu lze použít roztok glycinu. Vzorky rozdělíme do příslušného počtu zkumavek.

a) biuretová reakce

Upravíme pH vzorku přidávkem 5 kapek 10% roztoku NaOH. Následně přidáme 2 kapky 5% roztoku modré skalice. Pozitivní reakci (fialové zbarvení roztoku) poskytují materiály obsahující peptidickou vazbu.

b) xanthoproteinová reakce

Ke vzorku bílkoviny přilijeme 0,5 cm³ konc. kyseliny dusičné, zkumavku zahřejeme na vodní lázni. Pozitivní reakci (žluté zbarvení) poskytují materiály obsahující aromatické aminokyseliny. V některých případech je důkaz patrný i bez zahřátí. Silně kyselé prostředí obvykle vyvolává i denaturaci bílkovin.

Poznámky:

Pro důkazy je možné použít různé zdroje bílkovin, např. vaječný bílek (ředíme 1:10 vodou), mléko či kasein vlastnoručně izolovaný z mléka, extrakty z různých luštěnin apod. Jednotlivé postupy je vhodné před užitím ve třídě vyzkoušet, aby byla zajištěna dostatečná koncentrace vzorků. Chcete-li, přineste si do praktika vlastní vzorky potravin, se kterými si reakce otestujete.

Při provádění pokusů tohoto typu je vhodné zařazovat různé vzorky pro srovnání – „laboratorní“ (zde např. albumin, zároveň slouží jako ukázka izolované čisté bílkoviny), běžnou potravinu a vhodná je i nějaká negativní kontrola, s jejíž pomocí doložíme vysvětlený chemismus důkazu.

S roztoky bílkovin je možné demonstrovat i různé typy denaturace – teplem, vlivem kyseliny, přidávkem ethanolu, roztoku soli těžkého kovu apod.

Dotazy:

- 1) Vysvětlete chemickou podstatu důkazů včetně toho, jaké látky poskytují a jaké neposkytují pozitivní reakci.

3. Vliv různých faktorů na enzymatickou reakci

Nakrájíme a oloupeme čtyři plátky brambory. Jeden z nich ponoříme na několik minut do roztoku rtuťnaté soli na Petriho misce. Druhý plátek krátce povaříme. Zbývající ponecháme beze změny. Připravíme si další čtyři Petriho misky, do každé nalijeme 20 %

roztok peroxidu vodíku. Do každé misky nyní vložíme jeden plátek brambory – dva neošetřené, jeden uvařený, jeden máčený v roztoku rtuťnaté soli. Pozorujeme. K jednomu z neošetřených plátků přilijeme malé množství konc. kys. sírové (reakce se zpomalí nebo zastaví podle množství kyseliny).

Poznámky:

Pozorujeme účinky enzymu katalasy na peroxid vodíku. Katalasa se nevyskytuje jen v bramborách, ale i v mnoha dalších potravinách (viz Školní pokusy 2). Experiment je možné upravit a sledovat např. vliv koncentrace na aktivitu enzymu – použijeme 3% peroxid vodíku pro srovnání.

Dotazy:

- 1) Rovnicí popište reakci, kterou katalasa katalyzuje. Vysvětlete, k čemu je tento enzym organismům prospěšný.
- 2) Vysvětlete pozorování v jednotlivých Petriho miskách.
- 3) Do které třídy enzymů katalasa patří?

4. Rozklad močoviny ureasou

Do zkumavky odměříme asi 3 cm³ 2% roztoku močoviny, přidáme několik kapek fenolftaleinu. Za míchání přidáme asi 0,5 g sójové mouky či rozetřených sójových bobů. Po několika minutách pozorujeme katalytický účinek enzymu, indikátor mění barvu vlivem tvorby zásaditého amoniaku.

Poznámky:

V některých případech je patrný zápach amoniaku ze soustavy. Změna pH je patrná vždy. Přírodní materiál je třeba předem odzkoušet, některé druhy sojové mouky patrně prošly úpravami, které vyvolaly denaturaci a jejich ureasa již není aktivní.

Dotazy:

- 1) Do které třídy enzymů patří ureasa?
- 2) Fenolftalein dokazuje pouze přítomnost zásaditého prostředí, ne specificky amoniaku. Jaké činidlo lze použít pro jeho důkaz?

5. Odhalení kuřáka

Do zkumavky nasbíráme asi 1 cm³ slin. Sliny zředíme stejným objemem vody. Ke zředěným slinám přidáme 1 kapku 10% roztoku HCl a 1 kapku 10% roztoku chloridu železitého. Pozorujeme změny zbarvení proti bílému pozadí.

Poznámky:

Pro sběr slin se ve třídě obvykle najde několik dobrovolníků, obzvlášť mezi chlapci. Pro zdárný průběh experimentu je vhodné srovnávat sliny silného kuřáka (třeba někdo z pedagogického sboru) a nekuřáka. Podstata experimentu spočívá ve zvýšeném obsahu rhodanidů ve slinách kuřáka. Při kouření se totiž do těla uvolňuje malé množství kyanidů, které tělo okamžitě působením enzymu rhodanasy transformuje na méně nebezpečné thiokyanatany (rhodanidy). Z tohoto důvodu je výhodné odebírat sliny krátce po kouření, je-li to možné. Obecně ale kuřáci z důvodu časté expozice mají ve slinách trvale zvýšený obsah rhodanidů. To lze prokázat reakcí s železitými ionty, tvoří se krvavě červený rhodanid železitý (resp. hexarhodanoželezitan) známý z důkazových reakcí železitých iontů.

Je nutné poznamenat, že provádí-li experiment více žáků, tak následné porovnávání výsledků a jejich diskuse trvá obvykle déle než vlastní provedení experimentu. Zbarvení jednotlivých

vzorků se také může lišit v rámci skupiny kuřáků i nekuřáků – fyziologická hladina rhodanidů je u každého jednotlivce jiná, záleží i na aktuálních podmínkách, zdravotním stavu, příp. tom, zda člověk je/není pasivní kuřák apod. Pro alespoň nějakou možnost srovnání je nutné zachovat stejný postup úpravy všech vzorků (stejný počet kapek činidla).

Dotazy:

- 1) Systematický název rhodanasy je thiosulfat-sulfurtransferasa. „Přeložte“ tento název do naznačení mechanismu jejího účinku.

6. Odbarvení kečupu

Ve zkumavce zředíme malé množství kečupu vodou v poměru 1:1. Přilijeme několik cm³ Sava. Promícháme a pozorujeme odbarvení kečupu.

Poznámky:

Obdobně lze odbarvovat rajčatový džus. Pokud jej odbarvujeme ve vyšším sloupci a za použití bromové vody místo Sava, tvoří se barevná „duha“. Dochází k postupnému odbarvování – brom reaguje pomaleji než chlornan, dochází k postupnému zkracování konjugovaného systému dvojných vazeb.

Dotazy:

- 1) Do jaké skupiny látek patří lykopen (červené barvivo rajčat)?
- 2) Jakou reakci prokazujeme?

7. Důkaz nenasycených vazeb v oleji

Ve zkumavce protřepeme 2 cm³ oleje se 4 cm³ bromové vody. Dochází k jejímu odbarvení.

8. Pokusy s vitamínem C

Vitamin C vystupuje jako redukční činidlo. To lze kvalitativně dokázat následujícími experimenty, případně využít i v jeho kvantitativním stanovení (např. jodometricky).

3 tablety vitaminu C (obsah 250 mg) roztřeme ve třetí misce na jemný prášek, rozpustíme v 50 cm³ vody. Směs zůstává kalná, protože tableta obsahuje aditiva nerozpustná ve vodě. Dekantujeme matečný roztok a použijeme jej k dalším pokusům.

Prokážeme redukční účinky vitaminu C:

a) Fehlingovou zkouškou: provedení viz dříve.

b) Reakcí s železitou solí: Ve zkumavce smícháme několik kapek zředěného roztoku železité soli s roztokem rhodanidu draselného nebo amonného. Vzniká krvavě červený roztok, který se přidávkem roztoku vitaminu C odbarvuje. Přítomnost Fe(II) ve vzniklém roztoku prokážeme přidávkem roztoku červené krevní soli.

c) Reakcí s Lugolovým roztokem: roztok vitaminu C odbarvuje Lugolův roztok.

Poznámky:

Uvedené experimenty lze zkoušet i se vzorky potravin (citrusy) – máte-li zájem, přineste si do praktika vlastní vzorky a vyzkoušejte.

Dotazy:

- 1) Popište všechny pozorované děje rovnicemi.
- 2) Objasněte, jak je to s důkazovými reakcemi železnaté a železité soli pomocí žluté a červené krevní soli. V čem se liší vznikající produkty?
- 3) Zapište vzorec vitaminu C a vysvětlete, proč se nazývá *kyselina* askorbová, když vzorec neobsahuje funkční skupinu -COOH.