

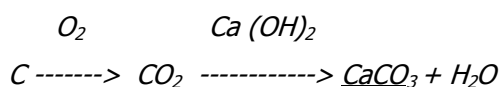
Laboratorní práce č.13

Úloha: Kvalitativní analýza organických sloučenin

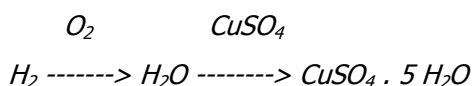
Úkol: Dokažte v příslušných organických látkách: 1) uhlík a vodík, 2) dusík, 3) síru, 4) halogen

Princip: Při kvalitativní analýze se organická látka nejprve mineralizuje, to znamená, že se převede na anorganické sloučeniny, které se dokazují reakcemi běžnými v anorganické analýze.

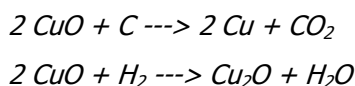
1) **Důkaz uhlíku a vodíku** - vzorek se zahřívá s oxidem měďnatým, přičemž se uhlík oxiduje na oxid uhličitý, jenž se zavádí do roztoku hydroxidu vápenatého, kde vzniká bílá sraženina uhličitanu vápenatého podle schématu:



Vodík se oxiduje na vodu, jež lze dokázat reakcí s bezvodým síranem měďnatým (bílý prášek) za vzniku modrého pentahydrátu síranu měďnatého podle schématu:



Oxid měďnatý se podle vzájemného poměru reagujících látek redukuje uhlíkem a vodíkem na měď nebo oxid měďný, což lze pozorovat změnou barvy z černé na hnědooranžovou podle rovnic:

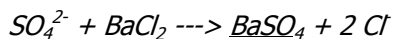


2) Důkaz dusíku

Některé organické látky působením silných zásad (NaOH) uvolňují při zahřívání amoniak, který charakteristicky zapáchá. Dusík tedy lze dokázat převedením organické látky na plynné zplodiny, v nichž dokazujeme amoniak NH₃.

3) Důkaz síry

Síru lze dokázat tavením zkoumané látky se směsí dusičnanu draselného a bezvodého uhličitanu sodného. Vzniklé síranové ionty se dají dokázat roztokem chloridu barnatého, kdy vzniká bílá sraženina síranu barnatého podle rovnice:



3) Důkaz halogenu

Přítomnost halogenu dokazujeme převedením látky na těkavý halogenid měďnatý, zbarvující plamen zeleně = Beilsteinova plamenná zkouška. Dokonale očištěný měděný drátek smočíme v kapalném vzorku nebo jím uchytíme pár krystalků zkoumané látky a vneseme do plamene.

Pomůcky: 4 zkumavky, L - trubice, skleněná tyčinka, nálevka, hodinová skla, porcelánový kelímek, zátka s jedním otvorem, chemická lžička, filtrační kruh, svorka, držák na zkumavky, varný kruh, trojhran, 2 stojany, kahan, váhy, měděný drát, univerzální indikátorový papírek, fenolftaleinový papírek, filtrační papírek.

Chemikálie: cukr sacharosa, vysušený oxid měďnatý, bezvodý síran měďnatý, vápenná voda, močovina, natronové vápno ($\text{NaOH} : \text{CaO} = 3 : 1$), 36% kyselina chlorovodíková, kasein, dusičnan draselný, bezvodý uhlíčan sodný, 18 % roztok kyseliny chlorovodíkové, 10% roztok chloridu barnatého, chloroform.

Pracovní postup:

1) Odvažte 0,5 až 1 g cukru a dvojnásobek (1 až 2 g) práškového CuO , na filtračním papíru směs promíchejte. Směs nasypete do suché zkumavky a ještě převrstvěte CuO . Zkumavku upevníte vodorovně do držáku na stojan. K ústí zkumavky dáte trochu bezvodého krystalického CuSO_4 . Zkumavku uzavřete zátkou, kterou prochází L-trubice do druhé zkumavky s vápennou vodou (odvodná trubička sahá přesně na hladinu vápenné vody ve zkumavce). Zkumavku s reakční směsí zahříváte a pozorujete změny v průběhu reakce. Tyto změny zapišete rovnicemi a vysvětlíte.

2) Ve zkumavce upevněné v držáku na stojanu mírně zahříváte směs 0,5 g močoviny a 1,0 g natronového vápna (NaOH). Unikající plyn dokažete takto: a) Podle zápachu.

b) Navlhčeným pH papírkem, nebo fenolftaleinovým papírkem, který přidržíte u ústí zkumavky.

c) Koncentrovanou HCl , kterou ovlhčíte skleněnou tyčinku a přidržíte u ústí zkumavky.

Vysvětlíte probíhající změny, který plyn jste dokázali? Zapišete reakci rovnicí.

4) V porcelánovém kelímku smícháte 0,5 g kaseinu s 1,0 g NaNO_3 a 0,5 g bezvodého Na_2CO_3 .

Dobře promíchejte. Kelímek upevníte v trojhranu a zprvu mírně zahříváte, pak intenzivně žíháte asi 5 minut, max. 15 minut. Vychladlou bílou taveninu rozpustíte v 10 ml destilované vody a roztok přefiltrujete. K filtrátu přidáte asi 1 ml roztoku HCl (HNO_3) - okyselíte.

Roztok rozdělíte do dvou zkumavek: do první přidejte pár kapek roztoku BaCl_2 (důkaz síry), do druhé roztok molybdenové sloučeniny (důkaz fosforu) a zahříváte k varu. Je-li přítomna síra, sráží se bílý síran barnatý, je-li fosfor - sráží se žlutý fosforečnanomolybdenan amonný.

4) Měděný drát očištěný v kyselině dusičné (nebo vložíme rozžhavený do ethanolu) žíháte v oxidační části plamene tak dlouho, až se plamen přestane barvit. Po ochlazení jej ponoříte do vzorku CHCl_3 , vnesete do plamene a pozorujete. Zkouška může selhat u velmi těkavých látek.

Nákres:

