

Analýza látek

Pod pojmem analýza si obecně můžeme představit změnu složitějšího na jednodušší. V chemii se jedná například o analýzu neznámé látky a studium jejího složení. Současně v chemii můžeme použít analytickou (rozkladnou reakci) jako postup, kdy se jedna chemická látka rozpadá na několik jiných chemických látek.

Cílem projektu je představit jednoduché a na přístrojové vybavení nenáročné chemické reakce, které si mohou vyzkoušet studenti se zájmem o chemii, přestože se vlastní analytické chemie obávají.

Cílová skupina/náročnost: 3. a 4. ročník SŠ a odpovídající ročníky gymnázií

Všechny uvedené texty, obrázky a videa jsou vlastní, není-li uvedeno jinak. Autory Youtube embed videí lze nalézt při kliknutí na znak Youtube ve videu během přehrávání.

Autor:

Mgr. Radovan Sloup

K plnohodnotnému využití této studijní opory je nutný přístup k on-line zdrojům a materiálům.

Tento materiál vznikl z finanční podpory Evropského sociálního fondu a státního rozpočtu České republiky v rámci projektu „Popularizace vědy a badatelsky orientované výuky“, reg .č. CZ.1.07/2.3.00/45.0007.

1 Základní informace o projektu

Název: Analýza látek

Anotace programu/zaměření/hlavní cíl:

Analýza nemusí být jen čistě přístrojovou metodou.

Cílová skupina:

1. - 3. ročník SŠ

Organizační podmínky

Vhodná je digestoř.

Pomůcky:

Laboratorní sklo a chemikálie.

Časová náročnost:

Jednotlivé úlohy jsou maximálně na dvě vyučovací hodiny.

2 Analýza elektrolýzou

Demonstrační pokus nebo laboratorní práce

Téma: Elektrolýza. Halogenidy. Halogeny. Indikátory. Roztoky.

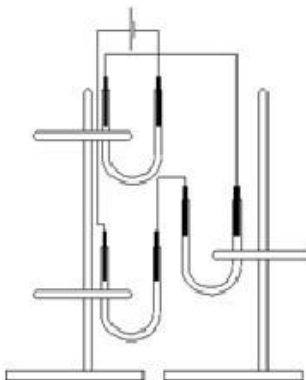
Úkol: Důkaz produktů vzniklých elektrolýzou roztoků halogenidů

Pomůcky: 3x skleněná U-trubice bez postranních vývodů, dostatečně dlouhé vodiče, vodiče pro připojení ke zdroji, 6 krokosvorek (nebo jiný úchytný mechanismus), 6x uhlíková nebo železná elektroda, zdroj stejnosměrného elektrického napětí (např. 3x 9V baterie zapojené do série), stojany, křížové svorky a držáky pro U-trubice ke stojanu, kádinky propřípravu roztoků, lžička, hodinové sklíčko, váhy, nálevka, tyčinka.

Chemikálie: Soli halogenidů alkalických kovů: nejlépe KI, NaBr, NaCl, destilovaná voda, fenolftalein (ethanolový roztok), škrobový maz, jodidoškrobový papírek.

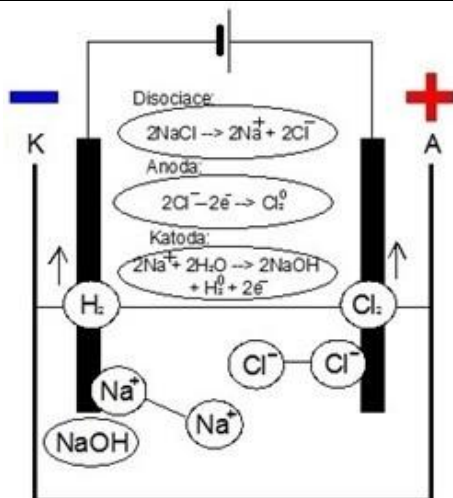
Postup: Sestavíme aparaturu podle obrázku. U-trubice jsou zapojeny do série, což nemá vliv na velikost náboje, který tímto obvodem projde. Toto zapojení neovlivní ani množství vyloučené látky na elektrodách.

Aparatura je sestavena tak, že katody jsou vždy vpravo a anody vlevo. Mezi U-trubicemi je polarita spojovacího vodiče na jednom konci (+) a na druhém (-), takže výsledně je vodičem spojena vždy katoda v jedné trubici s anodou v trubici druhé.



Příprava elektrolytů: Pro účely demonstrace jsou nevhodnější nasycené roztoky halogenidů, které je potřeba připravit čerstvé. U-trubice mají využitelný objem cca 13-20 ml. Do každého roztoku rovnou přidáme cca 0,5 cm³ fenolftaleinu pro indikaci zásaditého prostředí.

Návrh obecného principu elektrolýzy halogenidů na příkladu roztoku NaCl:



2.1 Princip

1. Elektrolýza NaCl

Disociace NaCl ve vodném roztoku proběhne za vzniku sodného kationtu a chloridového aniontu. Po zahájení elektrolýzy jsou chloridové anionty přitahovány elektrickým polem k anodě, kde odevzdají elektron, a tak se oxidují. V okolí anody vzniká čistý chlór, který probublává elektrolytem směrem vzhůru. Chlór lze indikovat navlhčeným jodidoškrobovým papírkem – papírek zmodrá, nebo opatrně přičichnutím – štiplavý zápach.

Na katodě vodíkové kationty přijmou elektron a vytvoří molekuly čistého plynu, který probublává k hladině elektrolytu. Sodné kationty reagují s hydroxidovým aniontem za vzniku hydroxidu sodného, jež indikuje růžové zbarvení fenolftaleinu.



foto: Průběh pokusu se vznikajícím vodíkem a pozitivní reakcí fenolftaleinu (vlevo), vznikajícím chlorem (uprostřed) a pozitivní reakcí jodidoškrobového papírku (vpravo)

2. Elektrolýza NaBr

NaBr disociuje ve vodě za vzniku sodného kationtu a bromidového aniontu. Anionty bromu se pohybují směrem k anodě, kde odevzdají elektron, a vzniká čistý brom, který se v roztoku projeví červenohnědou barvou v okolí anody. Na katodě je situace stejná jako u předchozí elektrolýzy NaCl. Uvolňuje se vodík, který je možné při dostatečné rychlosti jeho vylučování na katodě ověřit zapálením, popřípadě známým „štěknutím ze zkumavky“.

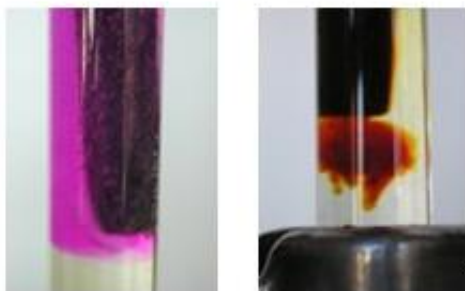


foto: Průběh pokusu: vznikající vodík a pozitivní reakce fenolftaleinu (vlevo), vznikající brom (vpravo)

3. Elektrolýza KI

Jodid draselný při rozpouštění ve vodě disociuje na draselný kation a jodidový anion. Poté, co anion jódu odevzdá elektron na anodě, se jód vyloučí v čisté formě (nažloutlá až hnědá barva). Jód lze dokázat roztokem škrobu, jenž obarví prostor kolem anody fialově až černě.

Draselný kation je přitahován k záporně nabitě katodě a s vodou reaguje za vzniku hydroxidu draselného, který je indikován růžovou barvou fenolftaleinu. Díky vyššímu potenciálu se na katodě vylučuje plynný vodík, jež lze opět dokázat zapálením, ovšem jen za předpokladu, že ho bude dostatek.

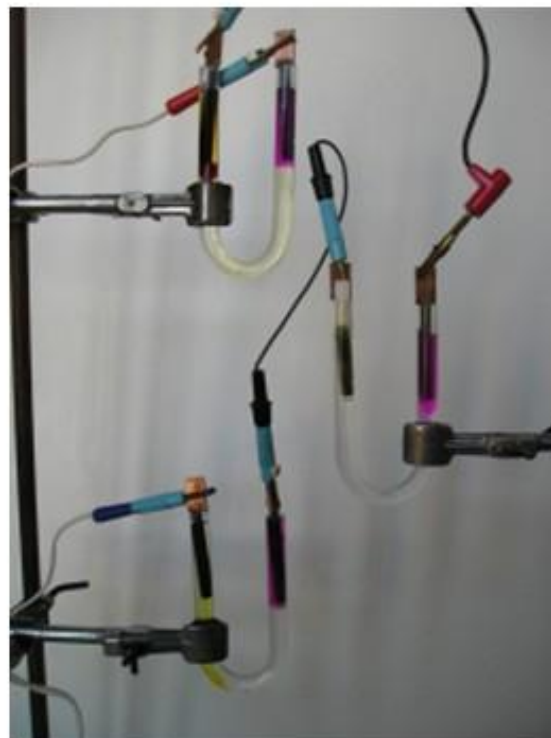


foto: Vznikající vodík a pozitivní reakce fenolftaleinu s hydroxidem draselným (vlevo), vznikající jod se škrobovým mazem (vpravo)

Před elektrolýzou:



Po elektrolýze:



2.2 Metodické poznámky:

- Příprava škrobového mazu zabere hodně času, především díky filtraci. V malém množství destilované vody rozmícháme 1 g škrobu a nalijeme jej do kádinky se 100 cm³ horké destilované vody. Dobře rozmícháme, chvíli povaříme a zfiltrujeme. Filtrát uchováme v chladu jako tzv. škrobový maz.

- Hmotnostní zlomek nasyceného roztoku pro NaBr je 0,475, pro KI 0,59 a pro NaCl 0,264. Objem běžných U-trubic je kolem 15 ml. Příprava 20 cm³ nasycených roztoků:

NaCl: 5,3 g NaCl rozpustíme ve 20 cm³ destilované vody NaBr:

9,5 g NaBr rozpustíme ve 20 cm³ destilované vody

KI: 11,8 g KI rozpustíme ve 20 cm³ destilované vody

- Roztoky můžeme připravit předem s výjimkou roztoku KI, který je citlivý na světlo a postupně tmavne.

- Roztok fenolftaleinu připravíme rozpuštěním 1 g fenolftaleinu v 70 cm³ ethanolu. Pak do roztoku dolijeme 30 cm³ destilované vody.

Informace k aktivitě ve formátu word (viz on-line kurz).

3 Důkaz sulfanu atraktivně

Demonstrační pokus

Téma: Srážecí reakce a konverze. Silné a slabé kyseliny. Síra a její sloučeniny.

Úkol: Důkaz sulfanu a vznik barevných sulfidů atraktivně

Pomůcky: Frakční baňka (250 ml), stojan, svorky, gumová hadička ukončená zúženou skleněnou trubičkou (pipetou), zátku s předvrtaným otvorem, dělicí nálevka alespoň na 20 ml, tyčinka, kádinky na 50 ml, lžička, štětec, kapátko nebo pipeta, filtrační papír nebo piják.

Chemikálie: Kyselina chlorovodíková HCl (10%), práškový sulfid železnatý FeS, rozpustné soli kovů, např.: Sb(NO₃)₃, Bi(NO₃)₃, Cd(NO₃)₂, SnCl₂.

Postup: Sestavíme aparaturu podle obrázku 1, do frakční baňky upevněné ve stojanu nasypeme dvě malé chemické lžičky práškového sulfidu železnatého a na tyčinku frakční baňky napojíme hadičku se zúženou skleněnou tyčinkou na konci. Do frakční baňky zasuneme zátku s procházející stopkou dělicí nálevky. Do kádinky připravíme 20 cm³ 10% roztoku HCl, nalijeme jej do dělicí nálevky, a tu upevníme do svorky na stojanu.



Obr. 1: Aparatura před začátkem reakce

Do menších kádinek připravíme 2% roztoky solí kovů, které okyselíme dvěma kapkami 10% kyseliny chlorovodíkové. Na filtrační papír (piják) malujeme těmito roztoky různé obrazce. Při střídání roztoků štětec důkladně vypereme. Pak otočíme kohout dělicí nálevky a kyselinu chlorovodíkovou necháme reagovat s FeS. Konec skleněné trubičky přiblížíme k papíru, na kterém se začnou objevovat barevné obrazce.

3.1 Princip

Princip: Sulfan vzniká při reakci HCl vytěsněním z FeS jako slabší kyselina. Kationty některých kovů se sráží sulfidovými anionty za vzniku sraženin příslušných sulfidů. Vybrané kationty se sráží v kyselém prostředí a vytváří různě barevné sraženiny sulfidů podle schématu:

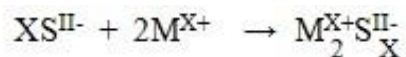


foto: Průběh pokusu se vzniklým sulfidem kadmnatým a cínatým

3.2 Metodické poznámky:

- Rychlost vzniku sulfanu je závislá na velikosti částic sulfidu železnatého, čím jemnější, tím rychleji se sulfan tvoří, přesto je nutné asi 20 sekund počkat.
- Pokud je ale sulfid železnatý příliš jemný, může se stát, že je unášen vznikajícím sulfanem až do trubice (je to vidět na foto nahoře vpravo).
- Některé soli kovů jsou toxické, při manipulaci s nimi buďte pozorní.
- Toxický je také sulfan, pracujte v digestoři nebo venku.
- Namalované obrazce nesmí zcela zaschnout, jinak se sraženiny nevytvoří v dostatečném množství.
- 100 cm³ cca 10% roztoku HCl připravíme tak, že do 74 cm³ destilované vody přilijeme za stálého míchání opatrně 26 cm³ koncentrované kyseliny chlorovodíkové.
- Rozpuštěním 1 g soli v 49 cm³ destilované vody připravíme 50 cm³ 2% roztoku.
- Barvy sraženin: Cd²⁺ – žlutá, Bi³⁺ – tmavě hnědá, Sb³⁺ – oranžová, Sn²⁺ - hnědá.

Informace k aktivitě ve formátu word (viz on-line kurz).

4 Esterifikace methanolu a ethanolu

Demonstrační pokus

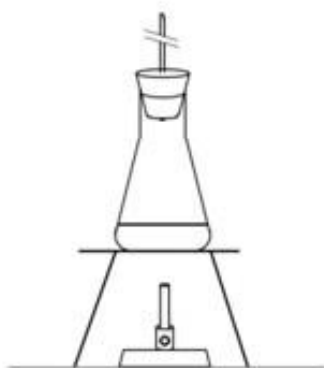
Téma: Alkoholy. Esterifikace. Analýza organických sloučenin.

Úkol: Rozlišit ethanol od methanolu, provést jejich esterifikaci s kyselinou boritou.

Pomůcky: porcelánové misky (2x), špejle, kuželová baňka (150 ml), skleněná trubice se zúženou špičkou (cca 40 cm dlouhá), kahan, trojnožka, síťka, sirky, malé odměrné válce (10 ml),

Chemikálie: kyselina trihydrogenboritá H_3BO_3 , metanol CH_3OH , ethanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, koncentrovaná H_2SO_4 , destilovaná voda.

Postup 1: Do kuželové baňky (150 cm^3) nalijeme do jedné čtvrtiny jejího objemu methanol a z malého odměrného válce k němu přidáme asi 2 cm^3 koncentrované kyseliny sírové. Pak ve směsi rozpustíme malou lžičku kyseliny trihydrogenborité. Baňku uzavřeme zátkou, kterou prochází trubice asi 40 cm dlouhá se zúženou špičkou. Baňku s reakční směsí pomalu zahříváme. Páru unikající ze směsi na konci trubice zapálíme sirkou. Pozorujeme zelený plamen.



Obr. 1: Aparatura před začátkem zahřívání

Postup 2: Na demonstrační stůl připravíme dvě čisté porcelánové misky. Do první nalijeme 5 cm^3 methanolu a do druhé stejné množství ethanolu. Do obou misek přidáme malou lžičku kyseliny trihydrogenborité a necháme ji rozpustit. Pokud je to možné, místnost zatemníme. Obsah obou misek zapálíme hořící špejlí a pozorujeme barvu obou plamenů. Po půl minutě přidáme do misky s ethanolom 3 cm^3 koncentrované kyseliny sírové. Opět pozorujeme barvu plamenů.



foto: Průběh pokusu v postupu 2

Video viz on-line kurz.

4.1 Princip

Princip: V baňce reaguje methanol s kyselinou boritou na těžký ester kyseliny borité, který po zapálení barví plamen zeleně. Reakce je katalyzována kyselinou sírovou. V porcelánových miskách probíhá esterifikace obdobně. Methanol s kyselinou boritou vytváří ester ochotněji i bez přítomnosti katalyzátoru. Ethanol hoří nejprve slabě modrým plamenem, po přilítí kyseliny se plamen postupně zbarvuje zeleně vznikajícím esterem.

4.2 Metodické poznámky

- Methanol i ethanol jsou látky toxické a hořlavé!
- Je vhodné použít zatemnění, protože plameny jsou nevýrazné.
- Pokud nemáte k dispozici kyselinu trihydrogenboritou, můžete použít borax.

Informace k aktivitě ve formátu word (viz on-line kurz).

5 Modrý roztok jako indikátor kyslíku

Demonstrační pokus

Téma: Redoxní reakce. Sacharidy. Kyslík a jeho sloučeniny. Katalyzátory.

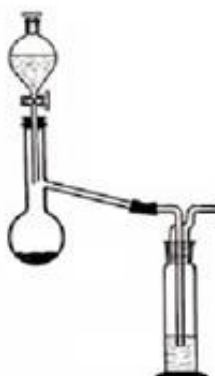
Úkol: Modrý roztok jako indikátor vznikajícího kyslíku

Pomůcky: kádinky (250 a 50 ml), frakční baňka (250 ml), promývací baňka (alespoň 100 ml), stojan, svorky, gumové hadičky, zátka s předvrtaným otvorem, dělicí nálevka alespoň 20 ml, odměrný válec, pipeta dělená na 10 ml, tyčinka, lžička, váhy nebo předvážky

Chemikálie: hydroxid sodný NaOH, glukosa $C_6H_{12}O_6$, peroxid vodíku H_2O_2 (roztok 30%), oxid manganičitý MnO_2 , methylenová modř, destilovaná voda

Postup: Do kádinky připravíme roztok z 2 g NaOH a 100 cm³ destilované vody. V tomto roztoku následně rozpustíme 2 g glukosy. Přidáme několik kapek methylenové modři (alkoholový nebo vodný roztok) tak, aby vzniklo intenzivní modré zbarvení (foto dole). Pak ho přelijeme do promývací baňky a necháme stát, aby se odbarvil.

Sestavíme aparaturu podle obrázku 1, do frakční baňky upevněné ve stojanu nasypeme asi polovinu malé chemické lžičky práškového oxidu manganičitého a propojíme hadičkou s promývací baňkou. Do frakční baňky zasuneme zátku s procházející stopkou dělicí nálevky. Do dělicí nálevky nalijeme asi 10 cm³ 10% roztoku peroxidu vodíku a upevníme ji do svorky na stojanu.



Obr. 1: Aparatura před začátkem reakce

Nakonec ve vhodný moment otočíme ventil v dělicí nálevce a necháme peroxid vodíku smíchat s oxidem manganičitým. Ve frakční baňce začne rychlý rozklad peroxidu na vodu a kyslík, který se z frakční baňky uvolňuje do promývací baňky. Již po několika málo bublinách kyslíku se začne roztok v promývací baňce intenzivně barvit do modra. Asi po 20 sekundách odpojíme frakční baňku od promývací baňky, aby v důsledku podtlaku nedošlo k nasátí modrého roztoku do frakční baňky. Roztok v promývací baňce se za chvíli opět odbarví.

5.1 Princip

Methylenová modř je redoxní indikátor:

- Glukosa redukuje methylenovou modř – bezbarvý roztok.
- Vzdušný kyslík oxiduje methylenovou modř – modrý roztok.

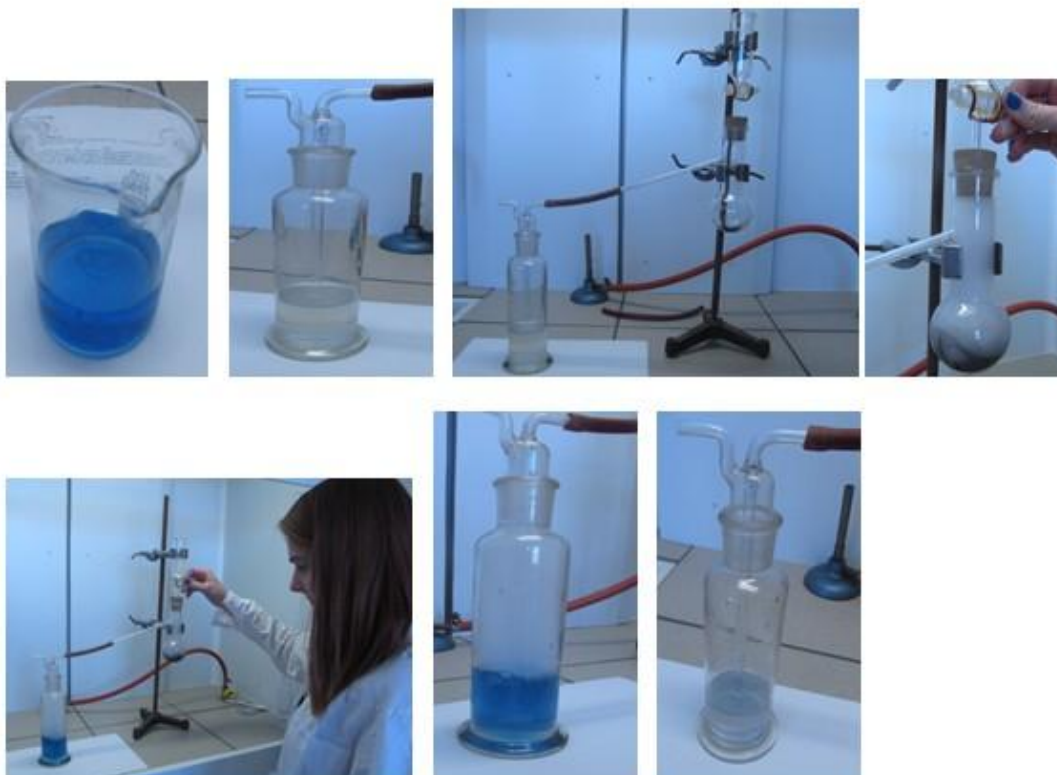


foto: Průběh pokusu

5.2 Metodické poznámky

- Vlastní pokus je velmi rychlý (několik sekund) a nejde „vrátit zpátky“.
- Příprava roztoku glukózy s NaOH a methylenovou modří zabere asi 15 minut.
- 10% roztok H_2O_2 připravíme tak, že do malé (např. 50ml) kádinky nalijeme 6,7 cm^3 destilované vody a přidáme 3,3 cm^3 30% roztoku peroxidu vodíku.
- Pro tento pokus můžeme použít i jiné redoxní indikátory, např. indigokarmín, který v práškové formě přidáme k roztoku na špičce malé lžičky, změna je od žluté přes červenou až k zelené.

Informace k aktivitě ve formátu word (viz on-line kurz).

6 Sulfid hlinitý, jeho sublimace a vlastnosti

Demonstrační pokus nebo Laboratorní práce

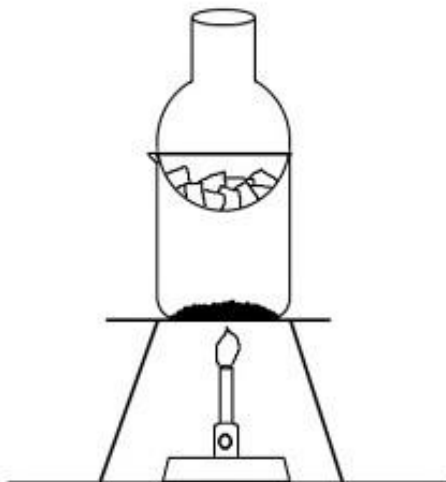
Téma: Sulfidy. Sloučeniny síry a hliníku. Sublimace. Rozpustnost.

Úkol: Sulfid hlinitý, jeho sublimace a rozpustnost síry

Pomůcky: kádinka (400 nebo 600 ml), trojnožka, síťka, kahan, zápalky, varná baňka, kádinky 150 ml, tyčinka, lžička, kostky ledu

Chemikálie: sulfid hlinitý vzniklý laboratorní syntézou hliníku a síry, roztok HCl (10%), ethanol, diethylether, destilovaná voda

Postup: Do 400 ml kádinky nasypeme alespoň 15 g sulfidu hlinitého, který jsme získali přímou syntézou z prvků podle postupu známého z chemické literatury (např. Los a kol. 1997, str. 78). Sestavíme aparaturu podle obr. 1. Kádinku postavíme na trojnožku se síťkou, přikryjeme ji varnou baňkou s ledem a zvolna zahříváme. Během zahřívání se na stěnách kádinky začne vylučovat jasně žlutá síra. Po další době se na dolní straně varné baňky shromažďuje nažloutlá mazlavá látka hydratovaného sulfidu hlinitého. Když se led ve varné baňce rozpustí, ukončíme zahřívání, sundáme varnou baňku opatrně a položíme ji na hrdlo, aby nespadla. Z kádinky vysypeme zbylý sulfid hlinitý tak, abychom neseřfeli síru usazenou na stěnách.



Obr. 1: Aparatura před začátkem zahřívání

Do kádinky nalijeme studenou destilovanou vodu a zamícháme tyčinkou. Můžeme pozorovat, že se síra na stěnách ve vodě nerozpouští. Vodu vylijeme a do kádinky nalijeme směs ethanolu s ethyletherem v objemovém poměru 2:1 a zamícháme tyčinkou. V tomto roztoku se síra rozpouští a vznikne bezbarvý roztok.

Varnou baňku ponoříme do širší kádinky a krouživým pohybem ji omyjeme v 10% roztoku kyseliny chlorovodíkové. Okamžitě se začne šířit typický zápach sulfanu.

Video viz on-line kurz

6.1 Princip

V sulfidu vzniklém syntézou přímo z prvků je nezreagovaná síra, která po zahřátí kondenzuje na stěnách kádinky. Sulfid hlinitý sublimuje, ale okamžitě hydratuje, takže vytváří na dně varné baňky kašovitou hmotu. Síra vytváří molekuly, ve kterých jsou nepolární vazby, je tedy nerozpustná v polárních rozpouštědlech (voda) a rozpouští se v rozpouštědlech nepolárních (ethery, benzín...). Sulfid hlinitý je sůl slabé kyseliny (sulfanové) a jeho reakcí se silnější kyselinou se z něj uvolňuje sulfan.



foto: Průběh pokusu

6.2 Metodické poznámky

- Sulfidu je třeba dostatečné množství.
- Je vhodné použít úzkou a vysokou kádinku.
- Kostky ledu přidejte do varné baňky až těsně před zahříváním.
- Cca 10% roztok HCl připravíme tak, že nalijeme koncentrovanou kyselinu chlorovodíkovou do dvojnásobného množství destilované vody.
- Pokus provádíme buď v digestoři, nebo na dobře větraném místě.
- Směs ethanol-diethylether je hořlavá, při jejím použití nesmí být v dosahu oheň!

Literatura:

LOS Petr a kol. (1997). *Chemie se nebojíme: chemie pro základní školu*. 2. díl. Praha: Scientia. ISBN 978-80-7183-028-3.

Informace k aktivitě ve formátu word (viz on-line kurz).