

## Téma: Organická elementární analýza

**Úkol: Dokažte přítomnost uhlíku, vodíku, dusíku, síry a chloru ve vybraných organických sloučeninách (glukosa, difenylamin, kyselina sulfosalicylová, 1,4 - dichlorbenzen).**

**Důkaz uhlíku a vodíku** v organických sloučeninách je založen převážně na postupech oxidačních, kdy organická sloučenina se oxiduje např. oxidem měďnatým nebo manganistanem stříbrným.

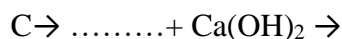
Při oxidaci je uhlík vázaný v organické sloučenině převeden na oxid uhličitý, který se dokáže reakcí s hydroxidem vápenatým jako bílá sraženina uhličitanu vápenatého.

**Vodík** vázaný v organické sloučenině se při oxidaci převede na vodu. Ta je vizuálně postižitelná (na stěnách reakční nádoby se tvoří kapičky vody). K nepřímému důkazu slouží např. bezvodý síran měďnatý. Tato látka je bezbarvá, ve styku s vodou přechází na modrý pentahydrát.

### Doplňte rovnice:

ox

↓



ox

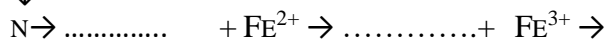
↓



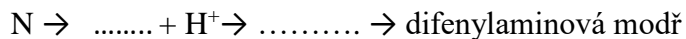
**K důkazu dusíku, síry a halogenů** se využívá postupů redukčních i oxidačních. Organická sloučenina se redukuje např. sodíkem v tavenině (Lassaigneova metoda) nebo se oxiduje manganistanem stříbrným, případně elementárním kyslíkem. Častější je použití redukční metody, kdy organicky vázaný dusík se v přítomnosti uhlíku převede redukcí sodíkem v tavenině na kyanid, který se dokáže reakcí se železnatou a železitou solí jako modrá sraženina berlínské modři.

red

↓



Oxidací organické sloučeniny obsahující **dusík** manganistanem stříbrným je organicky vázaný dusík převeden na dusičnan, který koncentrovanou kyselinou sírovou uvolňuje kyselinu dusičnou. Ta oxiduje difenylamin na difenylaminovou modř.



Organicky vázaná **síra** se po redukcí se sodíkem převede na sulfid, který s nitroprussidem sodným tvoří fialový komplex.

red

↓



V případě důkazu **síry** se často využívá tvorby barevných nerozpustných sulfidů např. s olovnatou solí se tvoří šedočerná sraženina sulfidu olovnatého.



**Síra** v organické sloučenině po oxidaci manganistanem stříbrným přechází na síran, který lze dokázat reakcí s barnatou solí jako bílou sraženinu síranu barnatého.

ox

↓



**Halogeny** vázané v organické sloučenině přecházejí po redukcí se sodíkem na halogenidy, které lze po okyselení dokázat dusičnanem stříbrným jako bílé sraženiny halogenidů stříbrných.

red

↓



Analogicky lze dokázat **halogeny** po oxidaci manganistanem stříbrným nebo elementárním kyslíkem (hoření sloučeniny v kyslíkové atmosféře).

Pro **důkaz kyslíku** není k dispozici spolehlivá metoda.

Glukosa je vhodným modelem pro důkaz uhlíku a vodíku. Difenylamin pro důkaz dusíku, kyselina sulfosalicylová pro důkaz síry a 1,4 - dichlorbenzen pro důkaz chloru. Ve všech případech se jedná o látky pevné, které se snadněji analyzují než látky kapalné (vzhledem k jejich zvýšené těkavosti).

Důkaz uhlíku a vodíku v glukose je úspěšný při použití oxidační metody s oxidem měďnatým. Kromě důkazů produktů oxidace uhlíku a vodíku - oxidu uhličitého a vody lze sledovat i další změny. Oxid měďnatý je černá práškovitá látka. Při oxidaci se redukuje na měď, která je červenohnědá. Na dně zkumavky se tvoří na povrchu skla i tzv. měděné zrcátko.

red

↓

.....→

Pro důkaz dusíku, síry a halogenů je vhodné použít metody redukce sodíkem v tavenině. Tento postup je osvědčený, jednotlivé důkazy jsou z chemického hlediska snadno interpretovatelné. Nevýhodou je určité nebezpečí, které vyplývá z manipulace se sodíkem. Je proto zapotřebí dodržovat maximálně všechna bezpečnostní opatření, pracovat s ochranným štítem, rukavicemi, případně zástěrou a pracovat pokud možno v digestoři.

### **Pomůcky a chemikálie:**

trubičky (průměr 5 mm), mikrozkušavky, zkumavky, kádinky (250 cm<sup>3</sup>, 400 cm<sup>3</sup>, 600 cm<sup>3</sup>), plynový kahan, chemické kleště, stojan, držák a svorka

oxid měďnatý (práškový), hydroxid barnatý, bezvodý síran měďnatý sodík, síran železnatý, koncentrovaná kyselina chlorovodíková, koncentrovaná kyselina dusičná, nitroprussid sodný, octan olovnatý, dusičnan stříbrný, indikátorové pH papírky, glukosa, difenylamin, kyselina sulfosalicylová, 1,4 -dichlorbenzen.

### **Důkaz uhlíku a vodíku:**

Postup:

1. Odvažte 1 g glukosy a na filtračním papíře dokonale promíchejte s trojnásobným množstvím práškovitého oxidu měďnatého.
2. Směs glukosy a oxidu měďnatého nasypete do suché zkumavky, kterou uzavřete vrtanou zátkou s U trubicí.
3. Zkumavku upevněte do držáku na stojan a druhý konec U trubice ponořte do zkumavky naplněné 5% roztokem hydroxidu vápenatého ve vodě.
4. Obsah zkumavky opatrně zahřívejte kahanem. Unikající plyn je zaváděn do vodného roztoku hydroxidu vápenatého. Jestliže obsahuje oxid uhličitý, vylučuje se v ústí trubičky bílá sraženina uhličitanu vápenatého.
5. V ústí zkumavky pozorujte vznik drobných kapiček vody, které jsou důkazem přítomnosti

vodíku v organické látce.

6. Po demontáži aparatury vsypte na špičku lžičky bezvodého síranu měďnatého do ústí zkumavky. Bílý prášek postupně modrá, protože bezvodý síran měďnatý přechází na pentahydrát, což slouží jako nepřímý důkaz přítomnosti vody.
7. U stěny dna zkumavky pozorujte změnu zbarvení směsi z černé na červenohnědou, což je způsobeno redukcí oxidu měďnatého na elementární měď.

## Důkaz dusíku, síry a chlóru:

Postup:

1/ do mikrozkušavky vsypte cca 0,05 g analyzované látky (na špičku lžičky) a přidejte stejné množství sodíku (nakrájeného na malé kousky), opět přidejte analyzovanou látku ve výše uvedeném množství a převrstvěte sodíkem.

2/ mikrozkušavku s analyzovanou látkou a sodíkem uchopte u ústí kleštěmi a opatrně zahřívejte na plynovém kahanu (POZOR, POUŽÍVEJTE OCHRANNÉHO ŠTÍTU A RUKAVIC, PRACUJTE V DIGESTOŘI). Zkušavka se zahřívá od ústí ke dnu.

3/ pozorujte změny v mikrozkušavce během zahřívání. Nejdříve dochází k roztavení látky a sodíku, tavenina má hnědé zabarvení. Dalším zahříváním dochází k postupnému černání taveniny v důsledku vylučování elementárního uhlíku. V poslední fázi tavení obsah mikrozkušavky počíná šednout, což signalizuje ukončení mineralizace.

4/ dolní konec mikrozkušavky rozžhavte do červena a opatrně vhodte do kádinky 600 cm<sup>3</sup>, naplněné max. 100 cm<sup>3</sup> destilované vody (PROVÁDĚJTE VÝHRADNĚ V DIGESTOŘI).

5/ tyčinkou rozbijte zbytek mikrozkušavky a řádně promíchejte, aby se produkty mineralizace rozpustily ve vodě, pH papírkem vyzkoušejte alkalickou reakci vodného výluhu, který použijte k důkazu jednotlivých prvků.

6/ do zkušavky odeberete asi 3 cm<sup>3</sup> přefiltrovaného výluhu po mineralizaci difenylaminu, přidejte na špičku lžičky krystalků síranu železnatého (cca 0,05 g). V alkalickém prostředí se vyloučí modrozelená sraženina hydroxidu železnatého. Vzniklý kyanid sodný je reakcí se železnatou solí převeden na ferrokyanid sodný.

7/ zkušavku se vzorkem upevněte do držáku a zahřívejte kahanem do změny zbarvení sraženiny (modrozelená - žlutohnědá). Při zahřívání dochází k oxidací hydroxidu železnatého vzdušným kyslíkem na hydroxid železitý.

8/ obsah zkušavky okyselte cca 2 cm<sup>3</sup> koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Vyloučí se modrá sraženina. Hydroxid železitý je takto převeden na chlorid železitý, který reaguje s ferrokyanidem sodným na berlínskou modř, což je **důkazem přítomnosti dusíku**.

9/ do zkušavky odeberte cca 3 cm<sup>3</sup> přefiltrovaného výluhu po mineralizaci kyseliny sulfosalicylové a přidejte několik kapek 2% vodného roztoku nitroprussidu sodného. Objeví se intenzivní fialové zabarvení komplexu. Ten se v silně alkalickém prostředí rozkládá, postupně dochází k vymizení fialového zbarvení.

10/ do zkušavky odeberte cca 3 cm<sup>3</sup> přefiltrovaného výluhu po mineralizaci kyseliny

sulfosalicylové a přidejte několik kapek 2% vodného roztoku octanu olovnatého. Vyloučí se šedočerná sraženina **sulfidu olovnatého**.

11/ do zkumavky odeberte cca 3 cm<sup>3</sup> přefiltrovaného výluhu po mineralizaci 1,4-dichlorbenzenu. Výluh okyselte 2 cm<sup>3</sup> koncentrované kyseliny dusičné (odstranění zbytků alkálií) a přidejte několik kapek 1 % vodného roztoku dusičnanu stříbrného. Vyloučí se bílá sraženina **chloridu stříbrného**.

***Otázky a úkoly:***

1/ Proved'te vyhodnocení jednotlivých důkazů z hlediska chemické podstaty. Vypracujte algoritmus analýzy neznámého vzorku

2/ Na základě elementární organické analýzy dokažte přítomnost dusíku v:

- |    |                 |                        |
|----|-----------------|------------------------|
| a) | azobenzenu      | c) 1,4 - benzendiaminu |
| b) | 4- nitroanilinu | d) glycinu             |

3/Dokažte přítomnost dusíku a síry v:

- |    |          |
|----|----------|
| a) | cysteinu |
| b) | cystinu  |

4/Rozhodněte na základě elementární organické analýzy, zda bílá krystalická látka je;

- |    |                     |
|----|---------------------|
| a) | kyselina salicylová |
| b) | acetanilid          |

5/ Napište sumární a strukturní vzorce glukosy, difenylaminu, kyseliny sulfosalicylové a dichlormethanu

## **Téma: Organická funkční analýza - sirné deriváty uhlovodíku**

**Úkol: Rozhodněte, která ze dvou sloučenin je cysteinem, a která serinem.**

### **Postup:**

1 / Do dvou suchých zkumavek odeberte cca 0,01 - 0,10 g vzorku (cystein, serin).

2/ Obsah zkumavek rozpust'ete v 5 cm destilované vody.

3/ Ke vzorku ve zkumavkách přidejte několik kapek 1 % vodného roztoku nitroprussidu sodného a několik kapek koncentrovaného amoniaku a obsah zkumavek protřepete.

4/ Cystein reaguje s nitroprussidem sodným za vzniku fialového komplexu.

### **Otázky a úkoly:**

- Specifikujte důkaz cysteinu při rozlišení od serinu.
- Uvažte, zda lze rozlišit cystein a serin jiným způsobem.
- Rozhodnete, je-li možné této metody použít k důkazu cystinu.

## **Téma: Organická funkční analýza - halogenderiváty**

**Úkol: Proved'te důkaz přítomnosti chloru v chlorbenzenu a benzyl chloridu, specifikujte typ vazby halogenu v molekule.**

### **Postup:**

1/ Do dvou zkumavek odeberte cca 0,5 cm<sup>3</sup> vzorku chlorbenzenu a benzylchloridu.

2/ Ke vzorku halogenderivátu přidejte po kapkách 2% roztok dusičnanu stříbrného v 95% ethanolu. Směs případně mírně zahřejte na vodní lázni. Zaznamenejte pozorovatelné změny.

### **Otázky a úkoly:**

- Napište rovnici reakce benzylchloridu s H<sub>2</sub>O
- Analyzujte průběh důkazu chloru v obou sloučeninách vzhledem k jejich struktuře
- Rozhodněte, která z uvedených sloučenin nejsnáze odštěpí halogenidový anion, vytvořte pořadí reaktivity halogenderivátů: 1 - chlorbutan, 1,4 - dichlorbenzen, 1,2 - dichlorethan, allylchlorid, brombenzen, methyljodid, vinylchlorid,
- Jakým způsobem rozlišíte, zda v molekule je vázán chlor, brom nebo jod



**Téma: Organická funkční analýza - dusíkaté deriváty uhlovodíku**

**Úkol: Dokažte přítomnost aminoskupin v molekule anilinu Ehrlichovým činidlem**

**Postup:**

1/ do zkumavky předložte cca 0,1 cm<sup>3</sup> anilinu.

2/ k anilinu přidejte 1 cm<sup>3</sup> koncentrované kyseliny chlorovodíkové a obsah zkumavky rozpust'ete v 5 cm<sup>3</sup> vody.

3/ do zkumavky s anilinem přidejte několik kapek 2% roztoku 4-dimethylaminobenzaldehydu ve zředěné kyselině chlorovodíkové (1:1) a zaznamenejte barevnou změnu.

4/ pokus zopakujte s o-fenylendiaminem, m-fenylendiaminem, p-fenylendiaminem. Popište výsledek pozorování.

**Úkol:**

Napište reakci anilinu, o-fenylendiaminu, m-fenylendiaminu, p-fenylendiaminu.

s Erlichovým činidlem