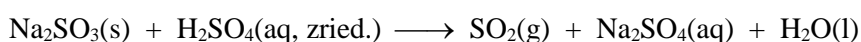
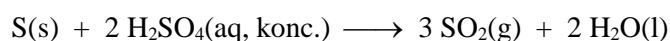
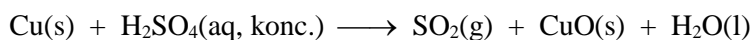
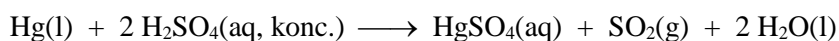


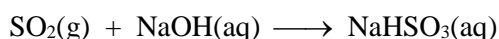
## Príprava oxidu siričitého – Postup práce

Oxid siričitý  $\text{SO}_2$  je bezfarebný jedovatý plyn ostrého dráždivého zápachu, ťažší ako vzduch. Lahko sa dá skvapalniť (teplota varu  $t_v = -10,0\text{ }^\circ\text{C}$  pri tlaku  $p = 101325\text{ Pa}$ , hustota  $\rho = 1,458\text{ g cm}^{-3}$ ). Vo vode je dobre rozpustný a jeho rozpustnosť s rastúcou teplotou veľmi klesá. Vodný roztok  $\text{SO}_2$  sa nazýva kyselina siričitá. Kyselina siričitá sa správa ako slabá a nestála kyselina, ktorá sa rozkladá na  $\text{SO}_2$  a vodu. V roztoku sa nachádza najmä v hydratovanej forme  $\text{SO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Má výrazné redukčné, bieliace a konzervačné účinky.

V laboratóriu sa oxid siričitý pripravuje reakciami koncentrovanej kyseliny sírovej s niektorými kovmi, so sírou, reakciami siričitanov so zriedenými silnými kyselinami, napr. s kyselinou chlorovodíkovou alebo s kyselinou sírovou.

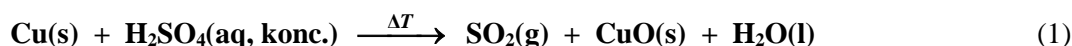


Nezreagovaný oxid siričitý sa zneškodňuje v absorbéri s roztokom hydroxidu sodného.



### Úloha 1

Pripravte oxid siričitý **reakciou medi s koncentrovanou kyselinou sírovou**.



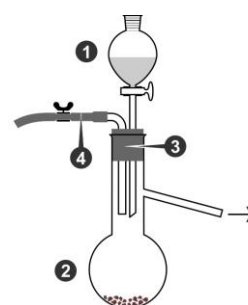
### Chemikálie

- meď, Cu, stružlinky
- kyselina sírová,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , koncentrovaný vodný roztok,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,960$
- hydroxid sodný, NaOH, granulovaný

### Postup

**Upozornenie:** Pracujeme v digestórii a používame dokonale tesnú aparatúru! Jednotlivé časti aparatury upevníme vhodnými držiakmi na železnú tyč, prichytenú na koncoch k dvom stojanom.

Najprv si zostavíme vyvíjač plynu (obr. 1) z frakčnej banky, gumovej zátky s dvomi otvormi, cez ktorú prechádza stopka oddeľovacieho lievika a poistný ventil (sklená rúrka, na ktorej je hadička s tlačkou). Do frakčnej banky dáme vypočítané množstvo medi a uzavrieme ju gumovou zátkou, do ktorej je zasunutý oddeľovací lievik a poistný ventil. Frakčnú banku s lievikom pripevníme na stojan vhodným držiakom a pripojíme ju bočnou rúrkou k aparatúre, v ktorej sa bude pripravovať oxid siričitý ďalej využívať. Potom do uzatvoreného lievika nalejeme požadované množstvo koncentrovanej kyseliny sírovej. Vývoj oxidu siričitého usmerňujeme postupným pridávaním kyseliny z lievika do frakčnej banky. Reakciu urýchľujeme miernym zohrievaním. Obsah frakčnej banky sa postupne sfarbí na čierne od vznikajúceho oxidu meďnatého. Reakčnú zmes vo frakčnej banke nesmieme nechať ochladnúť, lebo v aparatúre môže vzniknúť nežiaduci podtlak.



Obr. 1 Vyvíjač plynu.

- 1 – oddeľovací lievik,
- 2 – frakčná banka,
- 3 – zátka s dvomi otvormi,
- 4 – poistný ventil s tlačkou

### Zastavenie vyvíjania oxidu siričitého

Vyvíjanie oxidu siričitého možno zastaviť pridaním destilovanej vody do frakčnej banky cez oddeľovací lievik. Týmto zriedením koncentrovanej kyseliny sírovej zastavíme reakciu 1, lebo meď so zriedenou kyselinou sírovou nereaguje. Zriedená kyselina sírová však začne následne reagovať s oxidom meďnatým vo frakčnej banke za vzniku síranu meďnatého (rovn. 2).

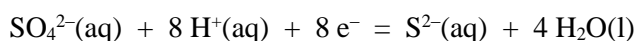


Povarením reakčnej zmesi priamo vo frakčnej banke docielime zreagovanie oxidu meďnatého so zriedenou kyselinou sírovou. Po miernom ochladení obsah frakčnej banky prefiltrujeme cez skladaný filter do odparovacej misky, ktorú dáme na vodný kúpeľ na zahustenie roztoku. Odfiltrovanú meď spláchneme do väčšej kadičky, kde ju premyjeme destilovanou vodou, vysušíme, odvážime a vrátime vyučujúcemu. Hmotnosť nezreagovanej medi je potrebná pre výpočet výťažku pentahydrátu síranu meďnatého. Nezreagovaná meď sa zbiera kvôli recyklácii.

Filtrát, tj. roztok síranu meďnatého, zahusťujeme na vodnom kúpeli až do vzniku kryštalizačnej blany. Potom roztok prestaneme ohrievať a ihneď zmeriame jeho teplotu. Ochladením tohto nasýteného roztoku na laboratórnu teplotu získame kryštály pentahydrátu síranu meďnatého, ktoré odsajeme na Büchnerovom lieviku, vysušíme medzi filtračnými papiermi, odvážime a odovzdáme.

### Poznámky

- Ak zmes kovovej medi a koncentrovanej kyseliny sírovej krátko povaríme, v reakčnej zmesi vznikne aj malé množstvo sulfidu meďnatého. Je to dôsledok redoxnej polreakcie



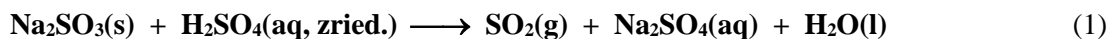
$$\Delta G = \Delta G^\ominus - RT \ln \frac{c_r(\text{SO}_4^{2-}) c_r(\text{H}^+)^8}{c_r(\text{S}^{2-})}$$

Keďže sa jedná o koncentrovanú kyselinu sírovú, tj.  $c_r(\text{H}^+)$  aj  $c_r(\text{SO}_4^{2-})$  sú veľké ( $\uparrow$ ) a zároveň CuS je len veľmi málo rozpustný, tj.  $c_r(\text{S}^{2-})$  je veľmi malá ( $\downarrow$ ), hodnota  $\Delta G$  uvedenej polreakcie sa stáva zápornejšou a polreakcia prebieha ochotnejšie:  $c_r(\text{H}^+) \uparrow \wedge c_r(\text{SO}_4^{2-}) \uparrow \wedge c_r(\text{S}^{2-}) \downarrow \Leftrightarrow \Delta G \downarrow$ . Zriedením kyseliny sírovej sa však rovnováha posunie späť v smere vzniku síranových aniónov a dočasne vzniknutý sulfid meďnatý sa “stratí”.

- V reakcii 1 zánikom jedného mólu kyseliny sírovej vzniká jeden mól vody. Kyselina sa teda postupne zrieduje, takže v konečnom dôsledku sa reakcia 1 pomaly zastavuje a súčasne sa stále významnejšou stáva reakcia 2. Pridaním vody do reakčnej zmesi tento proces len urýchlime.

### Úloha 2

Pripravte oxid siričitý **reakciou heptahydrátu siričitanu sodného so zriedenou kyselinou sírovou.**



### Chemikálie

- heptahydrát siričitanu sodného,  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ , biela kryštalická látka
- kyselina sírová,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , zriedený vodný roztok,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,30$
- hydroxid sodný, NaOH, granulovaný

### Postup

**Upozornenie:** Pracujeme v digestórii a používame dokonale tesnú aparatúru! Jednotlivé časti aparatúry upevníme vhodnými držiakmi na železnú tyč, prichytenú na koncoch k dvom stojanom.

Najprv si zostavíme vyvíjač plynu (obr. 1) z frakčnej banky, gumovej zátky s dvomi otvormi, cez ktorú prechádza stopka oddeľovacieho lievika a poistný ventil (sklená rúrka, na ktorej je hadička s tlačkou). Do frakčnej banky dáme vypočítané množstvo heptahydrátu siričitanu sodného a uzavrieme ju gumovou zátkou, do ktorej je zasunutý oddeľovací lievik a poistný ventil. Frakčnú banku s lievikom pripevníme na stojan vhodným držiakom a pripojíme ju bočnou rúrkou k aparatúre, v ktorej sa bude pripravovať oxid siričitý ďalej využívať. Potom do uzatvoreného lievika nalejeme požadované množstvo zriedenej kyseliny sírovej. Vývoj oxidu siričitého usmerňujeme postupným pomalým pridávaním kyseliny z lievika do frakčnej banky.

### Sušenie oxidu siričitého

Pri príprave niektorých zlúčenín je nutné použiť čistý a suchý oxid siričitý. Čistíme ho prebublaním cez filter (obr. 2), tj. premývačku naplnenú destilovanou vodou, v ktorej sa zachytia všetky nečistoty. Suchý oxid siričitý získame prebublaním vlhkého oxidu siričitého cez premývačku obsahujúcu koncentrovanú kyselinu sírovú. Na sušenie môžeme použiť aj iné dehydratačné činidlá. Premývačky plníme kvapalinami asi do štvrtiny ich objemu. Pred každú premývačku s kvapalinou pripojíme prázdnu (poistnú) premývačku. Oxid siričitý, ktorý použijeme na prípravu vodných roztokov zlúčenín, nesusíme.

### ★ Skvapanie oxidu siričitého

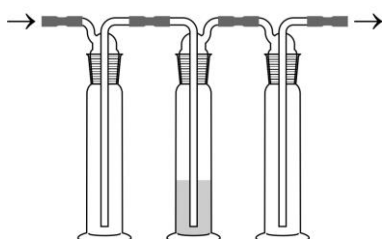
Pre niektoré zaujímavé pokusy je potrebné oxid siričitý skvapalniť. Vtedy zaradíme do aparatúry ešte skvapalňovač (obr. 3), tj. premývačku, ktorej zábrusový vrchnák nahradíme zátkou s dvoma otvormi, cez ktorú prechádzajú dve krátke ohnuté sklené rúrky. Ak by sme nechali v tejto premývačke pôvodný vrchnák s jednou rúrkou siahajúcou až na dno, mohlo by pri podtlaku/pretlaku v aparatúre dôjsť k presatiu skvapalneného oxidu siričitého do vedľajších (teplejších) nádob aparatúry, čo by mohlo spôsobiť prudké zmeny objemu plynu a teda tlaku v aparatúre.

**Upozornenie:** Pracujeme v digestórii!

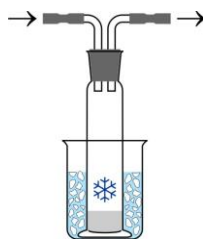
Čistý a suchý oxid siričitý zavedieme do menšej banky, ktorá je v kadičke zasypaná chladiacou zmesou pripravenou z roztlčeného ľadu a NaCl v pomere 1 : 1. Plyný oxid siričitý skvapalnie pri teplote  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Prebytočný oxid siričitý absorbujeme v absorbéri (obr. 4) s roztokom hydroxidu sodného. Po získaní 2 – 3 cm<sup>3</sup> kvapalného oxidu siričitého pokus prerušíme a pozorujeme jeho nízku teplotu varu, farbu a zápach. Nakoniec kvapalný oxid siričitý nalejeme do potrebného množstva roztoku hydroxidu sodného a zneškodníme.

### Zneškodnenie nezreagovaného oxidu siričitého (!)

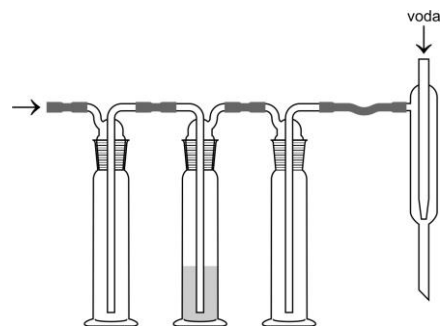
Nezreagovaný oxid siričitý zavádzame do absorbéra (obr. 4), ktorý obsahuje dostatočné množstvo 15% roztoku hydroxidu sodného. Do roztoku hydroxidu pridáme pár kvapiek etanolového roztoku fenolftaleínu, aby bolo vidno, či hydroxid sodný nie je spotrebovaný. Ak potrebujeme použiť väčšie množstvo roztoku hydroxidu sodného, môžeme použiť namiesto obvyčajnej premývačky zábrusovú premývačku alebo odsávaciu banku.



**Obr. 2** Filter oxidu siričitého.  
destilovaná voda,  
resp. sušiacie médium  
(napr. konc. kyselina sírová)



**Obr. 3** Skvapalňovač oxidu siričitého.  
chladiaca zmes  
(napr. zmes rozdrveného ľadu  
a chloridu sodného)



**Obr. 4** Absorbér oxidu siričitého  
napojený na vodnú vývevu.  
vodný roztok hydroxidu sodného

### ***Využitie oxidu siričitého pri príprave iných látok***

Ak pripravený oxid siričitý chceme použiť pri laboratórnej príprave ďalších zlúčenín, musíme si zostaviť potrebnú aparatúru. Aparatúra, vrátane vyvíjača plynu (obr. 1), musí byť tesná, aby neprepúšťala plyné a kvapalné látky. Pri zostavovaní aparatúry treba sklenené časti uchytiť do kusu látky, aby sme si ochránili ruky pred porezaním. Prázdne premývačky slúžia ako poistné nádoby na zachytenie vody a príslušných roztokov pri prípadných zmenách tlaku v aparatúre.

#### ***★ Redukčné vlastnosti oxidu siričitého***

**Upozornenie:** Pracujeme v digestóriu!

Pripravíme si štyri malé skúmavky a do každej dáme 1 cm<sup>3</sup> destilovanej vody.

- Do prvej a druhej skúmavky pridáme 2 – 3 kvapky roztoku manganistanu draselného s  $c(\text{KMnO}_4) = 0,005 \text{ mol dm}^{-3}$ , potom do prvej skúmavky dáme 3 kvapky roztoku kyseliny sírovej s  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol dm}^{-3}$  a do druhej 3 kvapky roztoku hydroxidu draselného s  $c(\text{KOH}) = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ .
- Do tretej skúmavky pridáme 3 – 4 kvapky roztoku dichrómanu didraselného s  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ .
- Do štvrtej skúmavky pridáme 2 – 3 kvapky roztoku jodičnanu draselného s  $w(\text{KIO}_3) = 0,005$  a 2 – 3 kvapky škrobového mazu.

Nakoniec do každej skúmavky prikvapkávame nasýtený vodný roztok oxidu siričitého dovtedy, kým pozorujeme zmenu sfarbenia roztoku alebo vznik zrazeniny. Do laboratórneho denníka si zapíšeme rovnice uvedených reakcií v stavovom tvare a pozorované farebné zmeny zapíšeme do tabuľky.

#### ***★ Bieliace účinky oxidu siričitého***

**Upozornenie:** Pracujeme v digestóriu!

Oxid siričitý má bieliace účinky, ktoré sa využívajú na bielenie vlny, bavlny a pod. Pripravíme si dve skúmavky, ktoré naplníme vodou, v ktorej rozpustíme oxid siričitý, t. j. budú obsahovať roztok kyseliny siričitej. Do prvej skúmavky vsunieme pásiky filtračného papiera, na ktorý sme nakreslili fixkami rôznofarebné čiary. Do druhej skúmavky vsunieme lupienky červených alebo fialových kvetov. Po chvíli pôsobenia roztoku oxidu siričitého pozorujeme vybielenie farebných čiar na papieri a zmenu sfarbenia kvetov na slaboružové alebo slabofialové.

#### ***★ Konzervačné vlastnosti oxidu siričitého***

**Upozornenie:** Pracujeme v digestóriu!

Dve skúmavky naplníme rozdrvenými hrozičkami, ku ktorým pridáme suspenziu droždia vo vlažnej vode. Namiesto hrozičiek môžeme požiť lyžičku cukru. Jednu zo skúmaviek naplníme oxidom siričitým. Každú skúmavku uzavrieme gumenou zátkou, cez ktorú prechádza sklenená rúrka. Koniec rúrky vychádzajúci zo skúmavky ponoríme do kadičky obsahujúcej čiru vápennú vodu (roztok hydroxidu vápenatého) alebo roztok hydroxidu bárnateho. V skúmavke, ktorej obsah nebol konzervovaný oxidom siričitým, začne o niekoľko minút prebiehať alkoholové kvasenie a uvoľňovať sa oxid uhličitý. V kadičke pozorujeme vznik zákalu až zrazeniny, čo je dôkazom prítomnosti oxidu uhličitého. V druhej skúmavke, do ktorej sme pridali oxid siričitý, nepozorujeme žiaden vývoj plynu a ani vznik zákalu v kadičke. Do laboratórneho denníka si zapíšeme pozorované deje a rovnice reakcií oxidu uhličitého s uvedenými roztokmi hydroxidov v stavovom tvare.