



evropský
sociální
fond v ČR



EVROPSKÁ UNIE



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY



OP Vzdělávání
pro konkurenceschopnost



OKRESNÍ HOSPODÁŘSKÁ
KOMORA OLOMOUC

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI

Přírodovědecká fakulta

Katedra fyzikální chemie

LABORATORNÍ TECHNIKA

PETR SUCHOMEL, MICHAL OTYEPKA

Olomouc, 2013

Předmluva

Předkládaná skripta jsou určena především studentům prvního ročníku oboru Aplikovaná chemie na Katedře fyzikální chemie Univerzity Palackého v Olomouci. Může však také posloužit každému, kdo hledá jednoduchý přehled základních laboratorních operací a jednoduchých úloh na procvičení.

Tento studijní text byl koncipován jako příručka pro první kroky studentů v chemické laboratoři. Proto je jeho úvod věnován pravidlům chování a bezpečnosti práce v chemické laboratoři a základní první pomoci. Zbylá část textu je s ohledem na dosavadní laboratorní nezkušenost studentů prvního ročníku sestavena jako jednoduchý přehled základních laboratorních úkonů, vždy doplněných o konkrétní úlohy. Díky těmto vybraným úlohám si studenti osvojí především potřebné manuální dovednosti, které budou následně využívat během svého dalšího studia.

Obsah

1. Bezpečnostní řád pro práci v chemické laboratoři.....	6
2. Piktogramy.....	8
3. Požární příprava.....	9
4. První pomoc.....	11
5. Protokol z laboratorního cvičení.....	13
6. Základní úkony v chemické laboratoři.....	14
6.1. Zahřívání a chlazení.....	14
6.2. Práce se sklem.....	17
6.3. Vážení.....	21
6.4. Odměřování objemů.....	22
6.4.1. Kontrola pipety.....	25
7. Filtrace a krystalizace.....	27
7.1. Příprava a filtrace K_2SO_4	30
7.2. Příprava a filtrace $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$	31
8. Dekantace a promývání na filtru.....	32
8.1. Dekantace a promývání sraženiny $BaSO_4$	33
8.2. Dekantace a promývání sraženiny $Fe(OH)_3$	34
9. Fázové přechody.....	35
9.1. Tání.....	35
9.1.1. Stanovení teploty tání kyseliny jantarové.....	36
9.2. Vypařování.....	37
9.3. Destilace.....	37
9.3.1. Destilace vody za normálního tlaku.....	41
9.3.2. Destilace s vodní parou silic z koření.....	42
9.4. Sublimace.....	42
9.4.1. Sublimace kofeinu z černého čaje.....	44
9.4.2. Sublimace jodu ze směsi jod - písek.....	44
10. Rozpustnost.....	46
10.1. Stanovení závislosti rozpustnosti anorganické soli na teplotě.....	47
11. Titrace.....	49
11.1. Volumetrické stanovení obsahu kyseliny benzoové.....	52

11.2.	Chelatometrické stanovení tvrdosti vody.....	53
12.	Sušení	55
12.1.	Odstranění krystalové vody z hexahydrátu chloridu vápenatého	56
12.2.	Odstranění koordinačně vázané vody z modré skalice	56
13.	Práce s plyny	58
13.1.	Příprava CO ₂	61
13.2.	Příprava a jímání H ₂	62
14.	Hustota	63
14.1.	Stanovení hmotnostní koncentrace H ₂ SO ₄ měřením její hustoty	65
14.2.	Stanovení hustoty zinku a cínu	66
15.	Periodická tabulka prvků.....	67
16.	Použité a doporučené zdroje	68










1. Bezpečnostní řád pro práci v chemické laboratoři

1. Do laboratoře smí studenti vstupovat jen se souhlasem vyučujícího a pouze v laboratorním oděvu a obuvi.
2. V laboratoři se musí studenti chovat tak, aby nezpůsobili újmu na zdraví sobě nebo ostatním a aby jejich vinou nedošlo k poškození majetku.
3. V laboratoři je zakázáno jíst, pít a kouřit. Při přerušení nebo ukončení práce si student musí vždy umýt ruce.
4. Student smí provádět pouze práce schválené vedoucím cvičení.
5. Student nesmí provádět opravy a úpravy na elektrické instalaci a spotřebičích.
6. Při práci je nutno užít všech ochranných pomůcek, které jsou určeny k danému druhu práce.
7. Student musí dodržovat následující bezpečnostní pokyny:
 - a. zachovávat opatrnost při manipulaci s laboratorním sklem a při jeho umývání; chránit se před pořezáním; při zasunování skleněné trubičky do zátky nesmí být použito násilného tlaku, trubičku navlhčit, nebo použít tuk na zábrusy,
 - b. zachovávat maximální opatrnost při práci s žiravinami (kyseliny, louhy),
 - c. při práci s nebezpečnými chemikáliemi (rtuť, sirovodík, bílý fosfor, brom, ether, atd.) striktně dodržovat bezpečnost práce předepsanou pro tyto chemikálie; pracovat s nimi vždy pod dohledem vedoucího cvičení,
 - d. se zvýšenou opatrností manipulovat se skleněnými lahvemi s hořlavinami a žiravinami,
 - e. nepokládat zátky od lahví na pracovní stoly; vždy mít otevřenou pouze jednu lahev s chemikálií,
 - f. při manipulaci s látkami ve zkumavkách a nádobách udržovat ústí odvrácené od sebe i od ostatních; přesvědčit se o nezávadnosti používaného nádobí, především při zahřívání,
 - g. vždy nalévat kyselinu do vody, nikdy obráceně (při opačném postupu by mohlo dojít vlivem okamžitého odpaření vody k rozstříknutí kyseliny),
 - h. tuhý hydroxid sypat do vody, nikdy obráceně,
 - i. nikdy nepipetovat přímo ústy, vždy použít balónek, pipetou, nebo vakuum,

- j. při rozlití žíraviny, nebo jedovaté látky je třeba ji zneškodnit předepsaným způsobem za použití ochranných pomůcek; při rozlití většího množství upozornit vedoucího cvičení,
 - k. zbytky jedů likvidovat podle pokynů vedoucího cvičení,
 - l. tuhé chemikálie nikdy nebrat do rukou, vždy je nabírat lžičkou,
 - m. s látkami dýmajícími, dráždivými, nebo jedovatými vždy pracovat v dobře táhnoucí digestoři,
 - n. nezkoušet žádnou chemikálii chutí, při zkoušce čichem opatrně přivánout výpary mávnutím rukou, nikdy nečichat přímo k lahvi,
 - o. při práci s hořlavinami dbát na dobré odvětrávání par, zpravidla jsou těžší než vzduch a mohou se vznítit i od vzdáleného plamene nebo tepelného zdroje bez plamene,
 - p. při rozlití hořlaviny zhasnout hořáky, intenzivně větrat; při rozlití většího množství upozornit vedoucího cvičení a opustit laboratoř,
 - q. při rozlití rtuti (např. rozbití teploměru) vždy upozornit vedoucího cvičení, který ji zlikviduje,
 - r. zacházet opatrně s tlakovými lahvemi na plyn, chránit je před ohřátím a pádem; nepoužívat neoznačené lahve, nebo lahve s poškozeným ventilem,
 - s. nemazat ventily ocelových lahví olejem, neotírat je mastným hadrem (mohlo by dojít k výbuchu),
 - t. kontrolovat olejové lázně, chránit je před smíšením s vodou.
8. Po skončení práce musí student pečlivě uzavřít vodu a plyn, vypnout elektrické spotřebiče a uvést pracovní místo do původního stavu.
9. Student nesmí opustit laboratoř bez předchozího dovolení vedoucího cvičení.

2. Piktogramy

Piktogramy jsou grafické znaky, které obrazově znázorňují sdělení nebo pojem. Kromě obecných piktogramů (zákaz kouření apod.) se v laboratoři setkáváme s chemickými piktogramy (Obr. 1). Tyto piktogramy jsou společně s H a P větami (R a S věty podle starého značení) umístěny na obalech chemikálií a označují jejich nebezpečnost.

<p>GHS 01 Výbušnina</p> 	<p>GHS 02 Hořlavina</p> 	<p>GHS 03 Oxidující plyn</p> 
<p>GHS 04 Plyn pod tlakem</p> 	<p>GHS 05 Žíravá látka</p> 	<p>GHS 06 Toxická látka</p> 
<p>GHS 07 Obecný symbol nebezpečí</p> 	<p>GHS 08 Nebezpečí pro zdraví</p> 	<p>GHS 09 Nebezpečí pro životní prostředí</p> 

Obr. 1: Přehled používaných piktogramů

3. Požární příprava

V chemické laboratoři se vyskytuje velké množství hořlavých látek (především organická rozpouštědla). Podle bodu vzplanutí (nejnižší teplota hořlaviny, při níž vzplanou od přiloženého plamene páry nad její hladinou) lze rozdělit hořlaviny do čtyř tříd nebezpečnosti.

I.	bod vzplanutí do 21 °C	např. aceton, sirouhlík
II.	bod vzplanutí mezi 21 °C a 55 °C	např. petrolej, styren
III.	bod vzplanutí mezi 55 °C a 100 °C	např. motorová nafta
IV.	bod vzplanutí mezi 100 °C a 250 °C	např. anilin, nitrobenzen

Protože tyto látky zvyšují riziko požáru, je třeba dbát maximální opatrnosti a striktně dodržovat pravidla pro manipulaci s těmito látkami:

- Zamezit styku hořlaviny a jejích par s otevřeným ohněm nebo elektrickou jiskrou.
- Je-li nutné hořlavinu zahřívat, používat k tomu elektrické vařiče, topná hnízda nebo topné lázně s kapalným médiem. Vždy používat varné kamínky.
- S hořlavinami pracovat v digestoři, aby se zabránilo úniku par do prostoru laboratoře.
- Hořlaviny uchovávat vždy ve správně označených lahvích.
- Skladovat hořlaviny v chladných, dobře větraných místnostech.

Dojde-li ke vzniku požáru, je nutné zachovat klid a s chladnou hlavou vyřešit danou situaci. Nikdy však nepřeceňovat své vlastní síly, aby nedošlo ke zbytečnému zranění. Škody na majetku jsou vždy přijatelnější než škody na zdraví. Bezprostředně informovat vedoucího cvičení:

- Je-li nějaká osoba zasažena plameny, je třeba ji ihned pomoci sundáním, nebo uhašením (např. válením po zemi, nikdy neběhat!) hořícího oděvu.
- Vypnout plyn a elektřinu a z dosahu ohně odstranit hořlavé látky a materiály.
- Malé lokální požáry uhasit jednoduchými pomůckami (zabránit přístupu kyslíku např. mokrým hadrem).
- Větší požáry hasit dle možností pískem, vodou, nebo vhodným hasicím přístrojem.
- K požárům, které není možné uhasit vlastními silami, volat hasiče na telefonní lince 150.

Je-li nutné použít k hašení hasicí přístroj, je třeba zvolit správný typ, aby nedošlo k úrazu osoby obsluhující hasicí přístroj.

Vodní hasicí přístroj

Je vhodný pro hašení pevných materiálů, jako jsou např. dřevo, papír. Hodí se také pro hašení alkoholů. Nehodí se však k hašení benzínu či nafty, hořlavých plynů a cenných materiálů, které by byly vodou zničeny. Vodní hasicí přístroj se nesmí použít pro hašení elektrických

zařízení pod proudem, tuků a olejů, látek prudce reagujících s vodou (především lehkých a hořlavých alkalických kovů, které při reakci s vodou uvolňují hořlavé plyny). Obecně není vodní hasicí přístroj příliš vhodný pro použití v chemické laboratoři.

Pěnový hasicí přístroj

Má podobné využití jako vodní hasicí přístroj. Je tedy vhodný pro hašení pevných materiálů. Navíc je jím oproti vodnímu hasicímu přístroji možné hasit benzín, naftu, oleje a tuky. Není vhodný pro hašení hořlavých plynů a látek dobře se mísících s vodou. Protože pěna obsahuje vodu, nesmí se tímto hasicím přístrojem, stejně jako vodním, hasit elektrická zařízení pod proudem a látky prudce reagující s vodou (především lehké a hořlavé alkalické kovy). Obecně není pěnový hasicí přístroj příliš vhodný pro použití v chemické laboratoři.

Halotronové hasicí přístroje

Jedná se o hasicí přístroje, které nahradily dříve používané přístroje halonové (liší se náplní). Je možné jimi hasit prakticky všechno s výjimkou pevných žhoucích látek. Nesmí se však používat v uzavřených prostorech bez větrání. Proto nejsou příliš vhodné k hašení požárů v chemických laboratořích a uplatnění nacházejí především při hašení požárů automobilů.

Práškový hasicí přístroj

Práškové hasicí přístroje mají veliký aplikační potenciál. Lze jimi hasit elektrická zařízení pod proudem, hořlavé plyny, benzín, naftu či oleje, pevné materiály a elektroniku. Nehodí se pro hašení dřeva, uhlí a textilií, protože je materiál sice uhašen, ale může dále žhnout a znovu se rozhořet. Práškové hasicí přístroje se nesmí používat k hašení lehkých a hořlavých alkalických kovů.

Sněhový hasicí přístroj

Sněhovým hasicím přístrojem je lze hasit elektrická zařízení pod proudem, hořlavé plyny, hořlavé kapaliny a pevné hořlavé látky. Nehodí se pro hašení dřeva, uhlí a textilií. Nesmí být použit pro hašení alkalických kovů, hořlavého prachu a sypkých látek. Sněhový hasicí přístroj je ze všech uvedených nejvhodnější pro hašení požáru v chemické laboratoři. POZOR: Sníh je tvořen oxidem uhličitým. Je tedy třeba po hašení důkladně vyvětrat. Při používání sněhového hasicího přístroje je nutné držet hubici na vyznačeném místě. Při expanzi plynu dochází k jeho ochlazení až na teplotu -76 °C a mohlo by dojít k „popálení mrazem“.

4. První pomoc

Dojde-li ke zranění v chemické laboratoři, je třeba se zachovat podle obecných zásad první pomoci. Priority pak jsou:

- i. zachránit život,
- ii. zabránit zhoršení zdravotního stavu,
- iii. urychlit zotavení.

Nejčastější úrazy v chemické laboratoři jsou **pořezání a popálení**. Malé řezné rány vydezinfikujeme 3% roztokem peroxidu vodíku a obvážeme. Dochází-li k mohutnějšímu krvácení, je třeba, je-li to možné, krvácející část těla zvednout nad úroveň srdce. Následně použít na krvácející místo tlakový obvaz a zavolat záchrannou službu na telefonním čísle 155. V případě popálenin je v první řadě nutno postiženého vyprostit z dosahu zdroje tepla. Tzn. uhasit hořící oděv, odstranit oděv politý horkou kapalinou. Je-li však oděv přiškvařen ke kůži, nikdy jej násilím nestrháváme! Popálené místo ihned po expozici chladíme studenou vodou (alespoň 10 minut), čímž je možné omezit hloubku popáleniny. Následně je možné popáleniny ošetřit vhodným přípravkem, jako je např. Panthenol. Je-li zasažena větší část těla, nebo jsou popáleniny vážnějšího charakteru, je třeba vyhledat lékařskou pomoc.

Dalším možným úrazem je **poleptání**. Opět je nezbytné nejprve odstranit zdroj žíraviny a sundat potřísněný oděv. Následně je nutné postižené místo oplachovat vodou (alespoň 15 minut). Známe-li povahu žíraviny, vlivem které došlo k poleptání, můžeme po důkladném oplachu postiženého místa přiložit sterilní obvaz navlhčený do neutralizačního roztoku. V případě poleptání kyselinou tvoří neutralizační roztok 5% roztok hydrogenuhličitanu sodného. V případě poleptání zásadou se jedná o 3% roztok kyseliny citronové nebo octové. Výjimku tvoří poleptání bromem. V tom případě se používá 10% roztok thiosíranu sodného. Nejste-li si jisti použitím neutralizačního roztoku, omývejte ránu pouze proudem tekoucí vody, pokud jsou zranění závažnějšího charakteru, nebo je zasažena větší část těla, je nutné vyhledat neprodleně lékařskou pomoc. Při zasažení oka je třeba oko okamžitě začít vyplachovat tekoucí vodou (alespoň 15 minut). Nikdy se nesmí používat žádných neutralizačních roztoků. Maximálně je možné použít přípravky určené k výplachu očí (ophthal) a poté ihned vyhledat lékařskou pomoc. Je-li zasažené oko křečovitě sevřeno, je vhodné ho přiměřenou silou otevřít, aby bylo možné ho vypláchnout.

Při **požití chemikálie** záleží první pomoc na jejím druhu. Obecně spočívá první pomoc ve vyvolání zvracení. Před tím je vhodné podat půl litru vody (nejlépe teplé se solí), což zvracení usnadní. Zvracení se však v žádném případě nevyvolává při požití žíraviny (z důvodu opětovného poleptání sliznic), pěnivých látek a některých uhlovodíků jako jsou benzín či petrolej (nebezpečí zpětného vdechnutí). Zvracení se také nesmí vyvolávat u osob v bezvědomí. Po vyzvracení je vhodné podat 10–20 tablet aktivního uhlí rozmíchaných v malém množství vody. Při požití chemikálie je vždy nutné zajistit odbornou lékařskou pomoc.

Při **nadýchání škodlivé látky** je nutné přerušit její působení tak, že se postižená osoba přemístí na čistý vzduch. Postiženou osobu je nutné zajistit proti prochladnutí, udržovat její životní funkce a vyhledat lékařskou pomoc. V některých případech může pomoci výplach nosní a ústní dutiny.

5. Protokol z laboratorního cvičení

Protokol z laboratorního cvičení slouží jako záznamník postupu práce, jejího pozorování a vyhodnocení. Každý protokol by měl být tak stručný a přehledný, aby z něj mohl kdokoliv vyčíst, o jakou práci šlo a k jakým výsledkům se autor protokolu dopracoval. Podle laboratorního protokolu by pak mělo být možné práci zopakovat.

jméno
ročník, obor
datum provedení úlohy

Název úlohy

1. Úkol

(text zarovnaný do bloku)

2. Chemikálie

chlorid sodný, NaCl, p.a.; kyselina chlorovodíková 35%, HCl, technická; atd.

(text zarovnaný do bloku)

3. Pomůcky

použité sklo, vybavení, apod.

(text zarovnaný do bloku)

4. Nákres aparatury

obrázek nakreslený v programu ChemSketch

(zarovnaný doprostřed)

5. Princip úlohy a pracovní postup

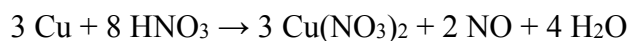
stručný postup práce, může být i v bodech

(text zarovnaný do bloku)

6. Chemické rovnice

rovnice, příp. schémata vyjadřující chemické pochody probíhající v dané úloze

(zarovnané na střed)



7. Výpočty a navážky

navážky výchozích látek, výpočet teoretického výtěžku, navážka praktického výtěžku, výpočet výběrové směrodatné odchylky

(vzorce a výpočty vytvořené v editoru rovnic)

8. Závěr, zobecnění

(text zarovnaný do bloku)

6. Základní úkony v chemické laboratoři

6.1. Zahřívání a chlazení

Při mnohých laboratorních pracích potřebujeme v chemické laboratoři něco ohřát, nebo naopak ochladit. Zahřívání je třeba pro úkony, jako jsou destilace, stanovení teploty tání, stanovení teploty varu, některé typy krystalizací, sušení, žihání, rozpouštění nebo k dodání dostatečné energie pro proběhnutí chemické reakce. Chlazení je využíváno opět při destilacích, krystalizacích, při sušení plynů, pro uchovávání látek nebo pro zastavení chemické reakce. V běžné chemické laboratoři máme k dispozici několik zdrojů tepla a možností chlazení.

Zdrojem tepla může být v chemické laboratoři, elektrický proud, laboratoři plyn, rozvod horké vody. Podle vlastností zahřívané látky, požadované teploty a požadavků na regulaci pak vybíráme vhodný zdroj.

Elektrický proud, resp. elektrické spotřebiče, jsou nejběžněji využívanými zdroji tepla. Jejich nesporná výhoda spočívá v tom, že nepracujeme s otevřeným ohněm, jsou tedy z mnoha ohledů bezpečnější. Navíc se dá u elektrických spotřebičů velmi snadno regulovat teplota. Mezi nejčastěji používané elektrické spotřebiče patří elektrické vařiče, topná hnízda, vyhřívané plotýnky kombinované s elektromagnetickými míchačkami, elektrické sušárny či muflové pece. Podstatnou část elektrických spotřebičů pak tvoří vodní a olejové lázně s termostaty, které jsou vyhřívány topnou spirálou (při práci s olejovou lázní je třeba dát pozor na to, aby se do ní nedostala voda, protože by mohlo dojít k rozstříknutí velmi horkého oleje). Elektrického proudu využívají též infralampy používané např. k sušení práškových látek.



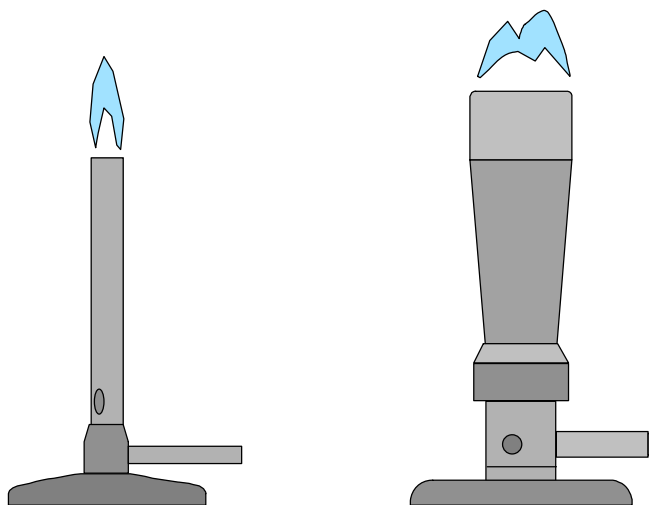
Obr. 2: Topné hnízdo a míchačka s vyhřívanou plotýnkou

Druhým nepostradatelným zdrojem tepla je **plyn**, který se spaluje v plynových kahanech. V laboratoři se můžeme běžně setkat se třemi typy kahanů. Jedná se o Bunsenův a Mékerův kahan (Obr. 3). Tyto kahaný se liší svou konstrukcí a tedy i rozdílnou maximální teplotou,

kteře můžeme jejich pomocí dosáhnout. Nejchladnější plamen má Bunsenův kahan, nejteplejší pak Mékerův. Postup pro zapálení kahanu je následující:

- otočíme objímku regulace vzduchu tak, abychom zamezili jeho průtoku,
- otevřeme přívod plynu (plyn otevíráme vždy na maximum, je-li třeba, regulujeme jeho průtok kohoutem na kahanu),
- zápalkou z boku zapálíme plyn, který hoří svítivým plamenem,
- otočením objímky regulujeme přívod vzduchu tak, aby plamen hořel modrým nsvítivým plamenem.

Plamen kahanu není všude stejně horký, ale podle jeho teploty a barvy rozlišujeme dva sektory. Jedná se o chladné tmavé jádro, tzv. redukční kužel, obsahující nespálenou směs vzduchu a plynu, a nsvítivý obal, ve kterém dochází k dokonalejšímu spalování směsi a tím k dosažení vyšší teploty. Se zvětšujícím se podílem vzduchu ve spalované směsi dochází ke zkracování kužele, což může vést v krajním případě k jevu označovanému jako zaskočení plamene. V tomto případě začne hořet směs plyn/vzduch uvnitř kahanu, což se projeví zezelenáním plamene a vydáváním charakteristického chrčivého zvuku. V tom případě je nutné kahan vypnout a před další práci ho nechat vychladnout.



Obr. 3: Bunsenův (a) a Mékerův (b) kahan

Posledním uvedeným zdrojem tepla je **rozvod horké vody**. Teplá voda z kohoutku sice nemá příliš vysokou teplotu, v mnohých případech však její teplota dostačuje. Horkou vodu z kohoutku, jako ohřivací médium, je možné použít např. zahřátí obsahu baňky při rozpouštění látek, které se ve studené vodě nerozpouštějí, nebo jejich rozpouštění trvá moc dlouho.

Pro **chlazení látek** v chemické laboratoři lze použít elektrická zařízení, vodovodní vodu, led nebo chladicí směsi skládající se z ledu a přidané soli, pevný CO_2 (suchý led), nebo kapalný dusík.

Vodovodní voda se využívá především jako médium do chladičů při nejrůznějších typech destilací. Případně k ochlazení horkých látek na laboratorní teplotu.

Elektrická zařízení se nepoužívají ani tak k samotnému chlazení, jako spíše k přechovávání látek za nízké teploty. K tomuto účelu slouží laboratorní chladničky a mrazničky. Dalším typem elektrického spotřebiče je výrobek ledu. K chlazení se však nepoužívá samotný přístroj, ale ledové kostky, nebo drcený led. Užitím vody s ledem, nebo pouze drceným ledem je možné dosáhnout teploty okolo 0 °C. Nižších teplot se dá dosáhnout přidáním různých solí (Tab. 1).

sůl	hmotnost soli na 100 g ledu [g]	teplota [°C]
Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O	6	-2
KCl	30	-11
NH ₄ Cl	15	-16
NaCl	30	-21
CaCl ₂ ·6H ₂ O	50	-49

Tab. 1: Závislost teploty chladicí směsi na druhu přidané soli

K dosažení nižších teplot se dá využít tuhý CO₂ (suchý led), jenž se nejčastěji rozpouští v kapalinách, které zprostředkovávají přenos tepla. Teplota chladicí směsi pak závisí na volbě daného rozpouštědla (Tab. 2).

rozpouštědlo	Teplota [°C]
ethanol (78 %)	-50
chlorethan	-60
ethanol (85 %)	-70
trichlorethylen	-80
aceton	-85

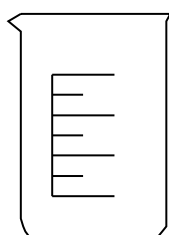
Tab. 2 Složení a teplota chladicích směsí s CO₂

Ještě nižších teplot lze dosáhnout použitím **kapalného dusíku**, který má teplotu varu -196 °C. Ten se stejně, jako jiné zkapalněné plyny, přechovává v Dewarových nádobách. Jedná se o dvoustěnné plechové nádoby, kde je mezi vnější a vnitřní stěnou vakuum, aby se zamezilo přenosu tepla s okolím. Fungují tedy na stejném principu jako v běžném životě užívané termosky. Při práci s kapalným dusíkem je třeba z důvodu velmi nízké teploty dbát maximální opatrnosti. Ještě nižších teplot lze dosáhnout použitím **kapalného helia**, které má teplotu varu přibližně -268 °C.

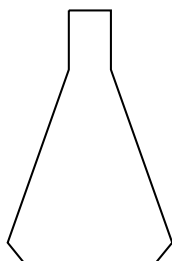
6.2. Práce se sklem

Sklo je nejčastěji používaným materiálem v chemické laboratoři. Díky jeho vysoké chemické odolnosti se dobře hodí pro práci s téměř všemi chemikáliemi (POZOR: sklo leptá kyselina fluorovodíková podle rovnice $\text{SiO}_2 + 6 \text{HF} \rightarrow \text{H}_2[\text{SiF}_6] + 2 \text{H}_2\text{O}$). Další výhodou skla je jeho průhlednost, která umožňuje vizuální sledování chemikálie v nádobě. Díky tomu lze nejen odměřovat kapaliny, ale také sledovat změnu zbarvení, vznik sraženiny apod. V neposlední řadě patří ke vhodným vlastnostem také tepelná odolnost, která svým rozmezím vyhovuje většině reakcí prováděných v chemické laboratoři. Hlavní nevýhodou skla je ale jeho křehkost.

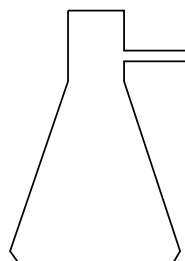
V chemické laboratoři se setkáváme se sklem tenkostěnným a silnostěnným. Tenkostěnné sklo je možné vystavovat vyšším teplotám a nevádí mu ani teplotní šoky, kdežto silnostěnné sklo vysokým teplotám nevystavujeme a v důsledku teplotního šoku by předmět vyrobený z tohoto typu skla mohl prasknout. Jednotlivé typy laboratorního skla jsou uvedeny na obrázku (Obr. 4)



kádinka s výlevkou



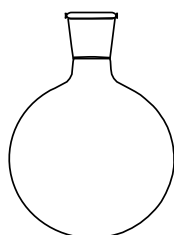
Erlenmayerova baňka



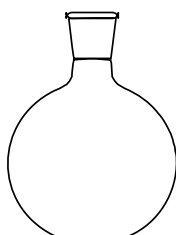
odsávací baňka



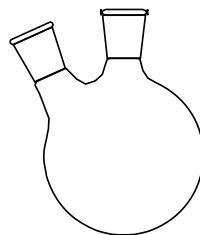
frakční baňka



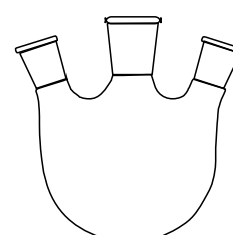
varná baňka
s kulatým dnem



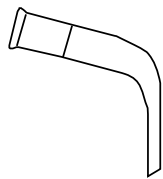
varná baňka
s plochým dnem



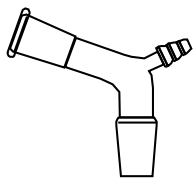
dvouhrdlá varná baňka
s kulatým dnem



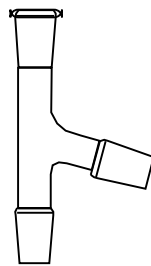
trojhrdlá varná baňka
s kulatým dnem



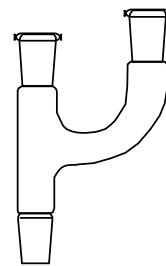
alonž



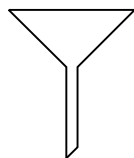
vakuová alonž



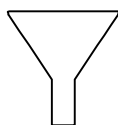
destilační nástavec



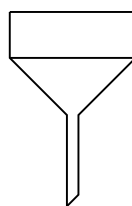
Claysenův destilační nástavec



nálevka



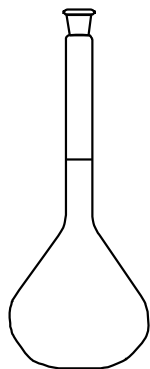
násypka



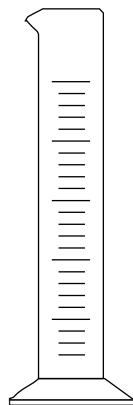
Büchnerova nálevka



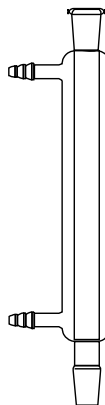
frita



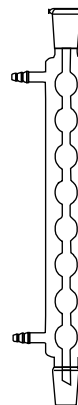
odměrná baňka



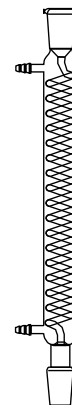
odměrný válec



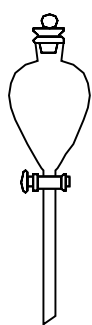
Liebigův chladič



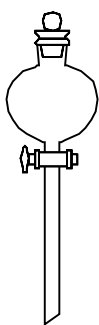
kuličkový chladič



spirálový chladič



dělicí nálevky



přikapávací nálevka
s trubičkou pro
vyrovnání tlaku



Drechslerova
promývačka



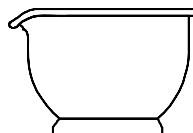
hodinové sklíčko



žihací kelímeček



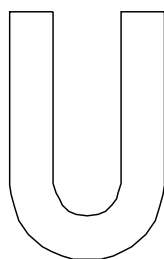
odpařovací miska



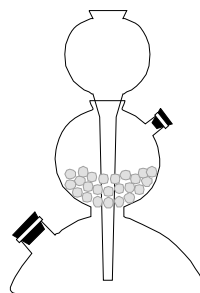
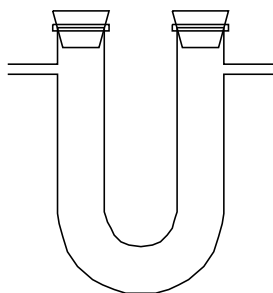
třecí miska



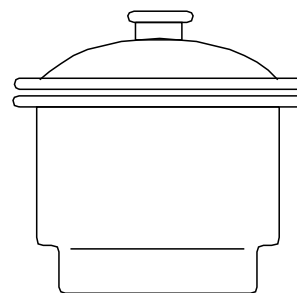
tlouček



U-trubice



Kippův přístroj



exsikátor

Obr. 4: Přehled běžně používaného laboratorního skla

Pro sestavování chemických aparatur je nutné jednotlivé kusy laboratorního skla pospojovat. Takovéto spojení je realizováno buď gumovou hadičkou, nebo zábrusy, které mají přesně definovaný tvar a velikost a díky tomu je možné spojit libovolné kusy skla. Se zábrusy je možné se setkat také u zátek používaných k uzavření odměrných, varných či Erlenmayerových baněk. Vyskytují se také na kohoutech dělicích baněk a byret. Je třeba je

mazat speciálním tukem (Ramsayův tuk), který umožňuje jejich hladké otáčení. Zábrusové kohouty a uzávěry nesmí přijít do kontaktu s alkalickým hydroxidem, který může způsobit jejich zapečení. Proto je třeba na roztok hydroxidu používat byrety s gumovou hadičkou a skřípcem.

Při sestavování aparatur se často setkáme s problémem, že je třeba skleněnou pomůcku upravit, či dokonce vyrobit. Nejčastěji je v laboratoři třeba vyrobit skleněnou tyčinku, kapátko, kapiláru, či ohnout skleněnou trubičku do požadovaného tvaru. Právě těmto jednotlivým úkonům jsou věnovány následující řádky.

Řezání skla

Před samotným zpracováním skleněné trubičky je třeba ji uříznout na požadovanou velikost. V požadovaném místě uděláme na trubičce jedním silným tahem zářez diamantovým řezákem na sklo. Trubičku uchopíme tak, že je otočena zářezem od těla a je tedy mezi ukazováčky obou rukou. Palci zatlačíme na trubičku a zároveň oběma rukama mírně táhneme od sebe. Tím dojde ke zlomení trubičky přesně v požadovaném místě. Potřebujeme-li pouze trubičku a dále ji nebudeme nijak upravovat, musíme si dát pozor na její ostré okraje. Ty je dobré mírně otavit nad kahanem, což způsobí zakulacení hran a tedy zabrání nechtěnému pořezání a usnadní nasazování hadičky.

Tvarování skla

POZOR: Horké sklo vypadá stejně jako studené. Dbejte zvýšené opatrnosti, pokud sklo tvarujete, abyste se nespálili.

K tvarování skla používáme kahany, a to sklářské, které však obvykle nemáme k dispozici, nebo můžeme pro základní úpravy skla použít laboratorní plynový kahan, který dosahuje dostatečných teplot pro ohýbání skla, vytváření kapilár, kapátek apod.

Ohýbání skla

Při ohýbání trubičky do požadovaného tvaru je třeba ji nejprve v místě ohybu rovnoměrně rozehrát. Vezmeme tedy trubičku požadované délky a natavíme ji nad plynovým kahanem. Trubičku ohříváme v nejteplejší části plemene a rovnoměrně s ní otáčíme. Když cítíme, že je již sklo dostatečně natavené a trubička se velmi snadno ohýbá, vyjmeme ji z oblasti plamene kahanu a jedním rychlým pohybem ji ohneme do požadovaného tvaru. Trubičku po ohnutí chvíli držíme v požadovaném tvaru, než sklo dostatečně zatuhne. Trubičku nikdy neohýbáme ještě v plamenu. Došlo by k jejímu zdeformování a zatavení v místě ohybu. Abychom zajistili průchodnost trubičky, můžeme si pomoci zvýšením tlaku uvnitř. Toho docílíme tak, že trubičku na jednom konci ucpeme prstem a do druhého konce při ohýbání mírně foukáme.

Vytvoření kapátka a kapiláry

Trubičku rovnoměrně natavíme nad plynovým kahanem. Když cítíme, že je již dostatečně poddajná, mírně stlačíme oba konce k sobě (pozor aby se v místě stlačení trubička

nezdeformovala a nezatavila). Tím dojde k nahromadění skla v místě následného roztažení. Je-li trubička dostatečně poddajná, vyjmeme ji z plamene a plynulým, ale dostatečně razantním tahem rukou od sebe vytvoříme z roztaveného skla uprostřed trubičky kapiláru. Z přechodu trubičky v kapiláru můžeme následně udělat kapátko. Pokud potřebujeme pouze kapátko, nemusíme samozřejmě trubičku vytahovat do kapiláry. Stačí trubičku natavit a mírným natažením vytvořit v roztaveném místě zúžení, které po vychladnutí nařízíme a zlomíme.

Vyfukování baničky

Jeden konec skleněné trubičky vložíme do plamene kahanu a zahříváme jej tak dlouho, dokud se okraje nestaví dohromady a dokud ne na konci trubičky nevytvoří kapička roztaveného skla. Poté trubičku vyjmeme a za plynulého otáčení foukáme do trubičky krátkými vdechy tak, aby se vytvořila banička. Pokud nemá banička požadovanou velikost, je možné ji znovu natavit a vyfouknout. Před vyfukováním je dobré druhý konec otavit tak, aby nemohlo dojít k pořezání při foukání.

6.3. Vážení

Vážení patří mezi základní techniky prováděné v chemické laboratoři. K dispozici máme váhy mechanické nebo digitální, v dnešní době již v drtivé většině případů používáme váhy digitální. Chemické váhy lze dělit podle několika kritérií. Nejběžněji je dělíme podle váživosti (maximální hmotnost, kterou lze na vahách vážit) a citlivosti (přesnost vah). Na základě těchto znaků rozdělujeme váhy na technické, neboli předvážky, a analytické (Obr. 5). Váhy (především analytické) by měly být umístěny v místnosti, kde je čisto, malá vlhkost a kde není průvan. Také by měly stát na speciálním stole s těžkou deskou umístěnou tak, aby eliminovala možné otřesy. Protože jsou váhy přesné zařízení a na jejich správném fungování velmi často závisí výsledek experimentu, je nutné je udržovat v maximální čistotě. Po každém vážení tedy váhy uvedeme do stavu, v jakém byly před našim příchodem.



Obr. 5: Analytické váhy a předvážky

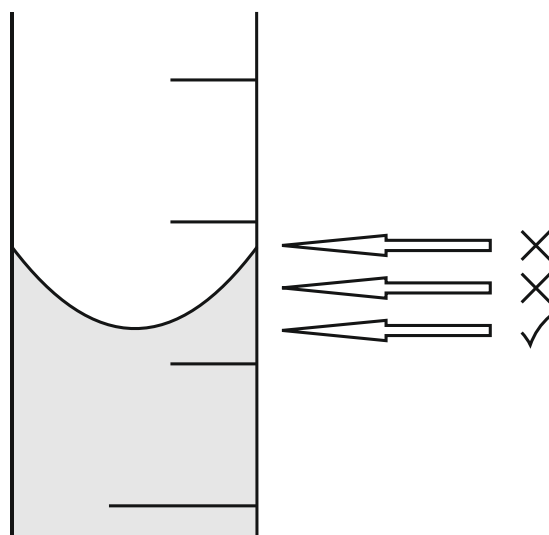
Postup pro vážení na mechanických (miskových) vahách:

- Při manipulaci s vahami musí být misky vždy zaaretovány.
- Nejprve vyvážíme váhy tak, abychom měli na pravé misce nádobu na vážený vzorek a jazýček vah zůstal při odaretování v nulové poloze. K tomu použijeme např. kousky papíru, broky, drobné skleněné kuličky apod. (tzv. tára).
- Na levou misku umístíme závaží podle požadované hmotnosti váženého vzorku.
- Do nádoby na vzorek umístíme odhadem požadované množství vážené látky.
- Při částečném opatrném odaretování misek sledujeme výchylku jazýčku vah.
- Váhy zaaretujeme a podle výchylky přidáme, nebo odebereme část vážené látky.
- Částečně odaretujeme a opět sledujeme výchylku jazýčku vah.
- Takto pokračujeme tak dlouho, dokud nezůstane jazýček vah po odaretování v nulové hodnotě.

Vážení na digitálních vahách je podstatně méně náročné, je však třeba dát pozor, abychom nepřekročili váživost vah. Na misku vah umístíme nádobu, do které budeme vážit vzorek. Tlačítkem „tare“ nastavíme na vahách nulovou hodnotu. Vyjmeme nádobu, umístíme do ní přibližně požadované množství vážené látky (lépe o něco méně) a vložíme zpět na váhy. Podle hodnoty hmotnosti zobrazené na displeji vah přidáme nebo ubereme váženou látku. Přídavky provádíme mimo váhy.

6.4. Odměřování objemů

odměřování objemů patří mezi další operace v chemické laboratoři, se kterými se denně setkáváme. V případě kapalin je to často mnohem rychlejší a pohodlnější, než je jejich vážení. K odměřování objemů se používá několik typů odměrného skla, které lze rozlišit podle toho, zda je kalibrováno na dolítí, nebo na vylítí. To poznáme podle značky na daném skle. Sklo kalibrované na dolítí (např. odměrná baňka) je označeno symboly In nebo E, sklo kalibrované na vylítí (např. pipeta) je označeno symboly Ex nebo A. Kromě tohoto označení najdeme na skle také teplotu, pro kterou je daný objem kalibrován. Převážně je tato teplota 20 °C. Jak je známo, kapalina v závislosti na svém povrchovém napětí smáčí stěny nádoby a tvoří tzv. meniskus. Odměrujeme-li objem kapaliny, musíme brát v úvahu polohu dolní části menisku (Obr. 6). Existují však výjimky, kdy není dolní část menisku vidět, protože je odměřovaná kapalina neprůhledná (např. roztok KMnO_4). V tomto případě bereme v úvahu horní hranu menisku, tedy maximální výšku, kam kapalina smáčí stěnu nádoby. Kapitulu samu pro sebe pak tvoří automatické pipety, jež jsou zmíněny níže.



Obr. 6: Správné odečítání objemu kapaliny

Sklo kalibrované na dolití

Typickým zástupcem skla kalibrovaného na dolití jsou odměrné baňky. Jsou to odměrné nádoby různých objemů, které slouží k přípravě odměrných roztoků. Odměrné baňky mají hruškovitý tvar s úzkým hrdlem, na kterém je ryska označující přesný objem. Hrdlo pak může být zakončeno zábrusem. Dalším zástupcem skla kalibrovaného na dolití jsou pyknometry. Pyknometr (Obr. 7) je nádoba o definovaném objemu, která má hrdlo opatřeno zábrusem. Do tohoto hrdla se pak vkládá zábrusová zátka s kapilárou. Tato kapilára umožní přesné a absolutní naplnění pyknometru odměřovanou kapalinou.



Obr. 7: Pyknometr

Sklo kalibrované na vylití

Mezi sklo kalibrované na vylití se řadí odměrné válce, pipety a byrety.

Odměrný válec je nádoba válcovitého tvaru, která je opatřena stupnicí určující objem kapaliny. Pro správné odměření daného objemu je vždy nutné použít válec správné velikosti. Odměrné válce však nedosahují přílišné přesnosti. Z důvodu velkého průměru válců dochází

při odměřování objemů k nepřesnostem. Čím má odměrný válec větší průměr, tím méně přesné odměřování je.

Dalším typickým sklem kalibrovaným na vylití jsou **pipety**. Jedná se o přesné odměrné sklo určené k odměřování menších objemů než v případě odměrných válců. Pipety jsou dvojího druhu, a to dělené a nedělené. Dělená pipeta má na boku stupnici podobně jako odměrný válec a dá se proto použít k odměřování různých velikostí objemů, kdežto nedělená pipeta je kalibrována přesně na jeden objem. To znamená, že má pouze jednu rysku, která je umístěna v úzkém hrdle nad rezervoárem. K pipetování používáme výhradně pomůcky k tomu určené. Nikdy nepipetujeme ústy, k nasávání kapaliny do pipety používáme balónky, pipetory a v případě větších objemů přívod vakua. Vypouštíme-li kapalinu z pipety, přiložíme nahnutou pipetu ústím ke stěně nádoby, do které kapalinu vléváme. Kapalinu necháme z pipety proudit samovolně a zbytek kapaliny, který zůstane ve špičce, tam necháme. Nikdy zbytek kapaliny nevytřepáváme, či nevyfukujeme. Plnou pipetu držíme kolmo, nebo mírně šikmo. Nikdy ji nepokládáme, nebo neotáčíme do vodorovné polohy. Máme-li na pipetě nasazený balónek, nikdy ji nepokládáme tak, aby se pipeta nacházela nad úrovní vstupu do balónku. Došlo by tím k natečení zbylé kapaliny z pipety do balónku a tím nejen ke zničení balónku, ale také k následnému znečištění všech vzorků pipetovaných pomocí tohoto balónku. Kromě klasických skleněných pipet existují také tzv. automatické pipety, které jsou popsány na konci této kapitoly.

Posledním zástupcem skla kalibrovaného na vylití jsou **byrety**. Byreta je nádoba, sloužící k přesnému odměřování kapaliny z ní vylité. Základní varianta byrety se skládá z těla opatřeného stupnicí, které je dole zakončeno výtokovým kohoutem. Takováto byreta se umísťuje do stojanu pomocí držáku. Plní se horem pomocí nálevky tak, že se do byrety vlije kapalina až nad rysku. Při vlévání je třeba nálevku mírně nadzvedávat, aby se v byretě mohl vyrovnat přetlak vznikající vléváním kapaliny. Poté se nálevka sundá a následně se kohoutem odpustí kapalina na tolik, aby její objem sahal přesně po rysku s hodnotou 0. Tím je zajištěno, že je v byretě přesný objem kapaliny a ve vypouštěcí trubičce nezůstala vzduchová bublinka, která by následně ovlivnila měření. Další variantou byrety je tzv. automatická byreta. Ta má naspodu zásobní lahev, ze které se kapalina do samotného těla byrety přepouští přetlakem, který se vytváří gumovým balónkem. Tato byreta je také osazena trubičkou, která plní funkci přepadu v nulové hodnotě objemu kapaliny. S automatickou byretou se dále pracuje stejně jako se základní variantou. Opět je třeba dát pozor, aby v byretě nebyl vzduch, který by znehodnocoval výsledky měření.

Automatické pipety

Automatická pipeta je pomůcka kalibrovaná na vylití a patří k vybavení každé laboratoře. Automatické pipety mohou být nastavitelné, nebo jsou kalibrovány pouze na jeden objem. Je-li pipeta nastavitelná, nastavuje se její objem nejčastěji otočením horní části pipety a požadovaný objem se odečítá na počítadle umístěném na boku pipety. Uvnitř automatické pipety je pak píst s pružinou, který umožňuje nasávání požadovaného objemu kapaliny. Do samotné pipety se kapalina nepipetuje, ale na její spodní část se nasazuje plastová špička. Podle objemu mají pipety různý průměr spodní části, je tedy třeba použít vhodné špičky.

Plastová špička se dá po použití sundat a umýt, případně vyhodit a použít jinou. Nasávání do špičky se realizuje zmáčknutím a následným pomalým puštěním pístu v horní části pipety. Automatické pipety mají při zmáčknutí dvě polohy. Je tedy třeba dát si pozor, do jaké polohy je píst zmáčknutý. Pipetuje se tak, že se píst namáčkne do první polohy, špička se ponoří do požadované kapaliny a píst se pomalu uvolní. Tím dojde k nasátí kapaliny do špičky. Pro vypuštění kapaliny ze špičky se stiskne píst do první polohy, a následně se domáčkne, čímž dojde k vytlačení veškeré kapaliny z plastové špičky. Pipetu s nasazenou špičkou a s nasátou kapalinou nikdy nepokládáme. Došlo by k natečení pipetované kapaliny do těla pipety a tím k jejímu možnému zničení. Stane-li se, že se do těla pipety dostane kapalina, je třeba ji ihned rozebrat, vyčistit a znovu zkalibrovat. To může provádět jen k tomu proškolená osoba. Pipetu nikdy nerozebíráme sami, protože bychom ji mohli nenávratně poškodit.

6.4.1. Kontrola pipety

Chemikálie: destilovaná voda

Pomůcky: analytické váhy, 2 kádinky, teploměr, automatická pipeta, skleněná pipeta

Postup: Automatickou pipetu o rozsahu 0,5–5 ml nastavte na objem 5 ml. Do jedné kádinky vlijte cca 50 ml destilované vody a změřte její teplotu. Druhou kádinku umístěte na analytické váhy a vytárujte je. Do kádinky na vahách napipetujte 5 ml vody a zapište si výslednou hmotnost. Napipetujte dalších 5 ml a opět si zapište výslednou hmotnost. Postup opakujte ještě 3×, aby byl v kádince objem destilované vody 25 ml. Poté si vezměte skleněnou pipetu o objemu 5 ml a celý postup zopakujte s ní.

Vyhodnocení: Do tabulky (Tab. 3) zapište naměřené hodnoty a vypočtete hodnoty hmotnosti jednotlivých přídávků destilované vody. Pomocí známého vztahu mezi hustotou (hustotu pro konkrétní teplotu najdete v tabulkách), hmotností a objemem:

$$V = \frac{m}{\rho},$$

dále spočtete objem jednotlivých přídávků a z nich poté vypočtete užitím vzorce:

$$\bar{V} = \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{n},$$

průměrný objem jednotlivých přidavků, kde V_i je objem i -tého přidavku a n je počet přidavků celkem. Z průměrné hodnoty objemu a objemů jednotlivých přidavků poté spočítejte výběrovou směrodatnou odchylku (s) podle vzorce:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}}$$

Konečný výsledek pak uveďte ve tvaru:

$$V = \bar{V} \pm s.$$

	celková hmotnost kapaliny [g]	hmotnost jednotlivých přidavků [g]	objem jednotlivých přidavků [ml]
m5			
m10			
m15			
m20			
m25			
		průměrný objem	

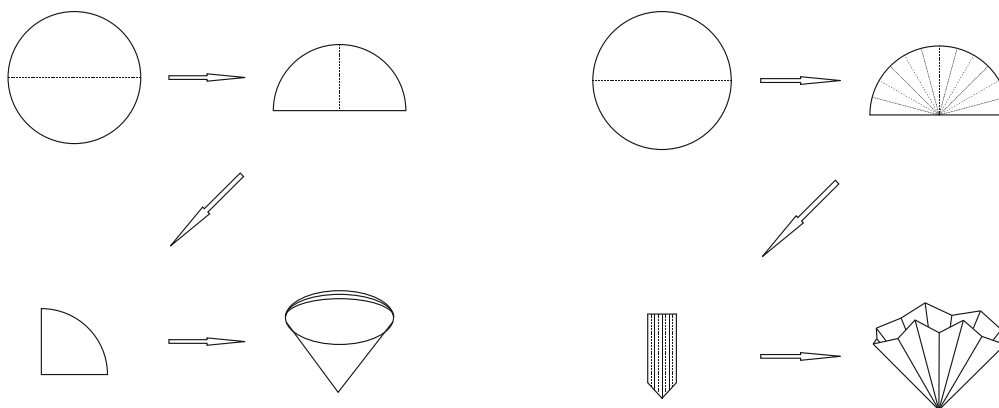
Tab. 3: Vzorová tabulka pro zapsání výsledků při kontrole pipety

7. Filtrace a krystalizace

Filtrace patří mezi metody dělení heterogenních směsí složených z pevné fáze rozptýlené ve fázi kapalně nebo plynné. Kromě oddělení pevné složky od tekutiny je možné využít filtrace také ke zbavení kapalin a plynů od nečistot. Filtrace je vždy realizována přes filtrační materiál, kterým prochází pouze jedna z obou fází. V chemické laboratoři se k filtrace nejčastěji používá filtrační papír s různou porozitou, nebo frity, což jsou skleněné nebo porcelánové porézní destičky využívané pro vakuovou filtrace. Frity bývají nejčastěji zatavené do filtračních nálevek uzpůsobených právě pro vakuovou destilaci. Mohou se však objevovat i samostatně jako výměnná část filtrační aparatury. V průmyslu se k filtrace velmi často využívá i jemný písek (vodárenství, pivovary, aj.).

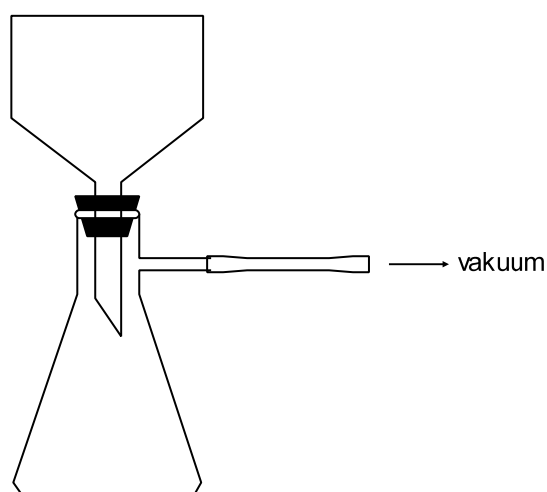
Aby bylo možné úspěšně od sebe dvě fáze oddělit, je třeba zvolit materiál se správně velkými póry. Velikost pórů poznáme podle odlišného označení filtračních materiálů. Filtrační papíry jsou značeny barevným pruhem, kde je velikost pórů od největších k nejmenším reprezentována postupně černým, bílým a pak modrým pruhem. Frity se označují písmenem S a číslem, takže největší póry mají označení S1 a nejmenší S5.

Filtrace přes filtrační papír se dá realizovat několika způsoby. Nejčastěji se typy filtrace rozděluje podle toho, zda jsou uskutečněny za normálního, nebo sníženého tlaku. Filtrace za normálního tlaku probíhá na filtrační nálevce, kam se vloží složený filtrační papír, na nějž se po tyčince vlévá filtrovaný roztok. Ten se dá složit dvěma způsoby, a tím získáme filtr jednoduchý, nebo skládaný (Obr. 8). Skládaný filtr se filtrační nálevky dotýká oproti filtru jednoduchému pouze hranami na boku. Proto k filtrace dochází po téměř celé ploše filtru a tím je filtrace mnohem rychlejší, než u filtru jednoduchého, kde k filtrace dochází pouze ve špičce kuželu, který filtr tvoří. Filtrační nálevka je ve filtračním kruhu na stojanu uchycena tak, aby se stonek dotýkal stěny nálevky, čímž dochází ke stékání filtrátu po stěně a zabraňuje se jeho rozstříkávání. Je-li to možné, necháme pevnou fázi nejprve usadit u dna a zprvu přes filtr vléváme čirý roztok. Ten se filtruje rychleji, čímž se zmenšuje doba potřebná k provedení filtrace.



Obr. 8: Postup pro složení jednoduchého a skládaného filtru

Dalším typem je pak filtrace za sníženého tlaku. Tímto způsobem je možné filtraci výrazně urychlit. Filtrace za sníženého tlaku probíhá na aparatuře sestavené z odsávací baňky, ke které je připojené vakuum, a z Büchnerovy nálevky, jež je pomocí těsnícího materiálu připojena k hrdlu odsávací baňky. Do Büchnerovy nálevky je nutné vložit filtrační papír, který je vystřížen tak, aby přesně pokrýval její dno a aby nebyl přes stěnu nálevky ohnut. Při používání vakua je třeba dodržovat přesný postup pro zapojování, používání a odpojování aparatury od přívodu vakua. Nejprve sestavíme aparaturu dle obrázku (Obr. 9), pustíme naplno přívod vakua a následně na Büchnerovu nálevku vlijeme filtrovanou směs tak, aby byla pokryta celá plocha filtru. Po přefiltrování a případném promytí vzorku nejprve odpojíme od odsávací baňky hadičku vakua (druhou rukou držíme Büchnerovu nálevku, aby nevyskočila z hrdla baňky) a teprve po odpojení hadičky vypneme kohoutem přívod vakua. Místo popsané aparatury lze pro jemnozrnné materiály použít filtrační aparaturu skládající se z odsávací baňky se zábrusem a příslušné frity.



Obr. 9: Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku

Krystalizací rozumíme vylučování pevné fáze z roztoku. Jedná se tedy o separační metodu, která se dá využít k oddělování jedné, nebo více složek rozpuštěných v daném rozpouštědle, případně k přečišťování krystalických látek (tzv. rekrystalizace). Tato metoda je velmi úzce spjatá s filtrací popsanou výše. Po vytvoření krystalů je totiž třeba oddělit je od matečného louhu (kapalné fáze). Aby byla následná filtrace úspěšná, je třeba vyloučit z roztoku dostatečně vyvinuté krystaly. Krystalizace je vyvolána změnou fyzikálně-chemických podmínek v roztoku, kterými se sníží rozpustnost požadované látky. Klesne-li hodnota rozpustnosti pod množství aktuálně rozpuštěné látky, začnou se z roztoku vylučovat její krystaly. Změny podmínek vedoucí ke krystalizaci lze dosáhnout několika základními způsoby. Jedná se o krystalizaci volným odpařováním, krystalizaci volným chladnutím, rušenou krystalizaci a krystalizaci vyvolanou změnou rozpouštědla.

Krystalizace volným odpařováním

Krystalizace volným odpařováním je založena na faktu, že se rozpouštědlo odpařuje i za pokojové teploty. Jeho odpařováním dochází ke snižování objemu a tím se zvětšuje koncentrace rozpuštěné látky. V momentě, kdy se množství rozpuštěné látky vyrovná její rozpustnosti za dané teploty, začnou během dalšího odpařování rozpouštědla růst krystaly. Takto vytvořené krystaly jsou zpravidla velmi dobře vyvinuté, jejich růst však trvá velice dlouho. Navíc mohou být takto vyrostlé krystaly znečištěny. Proto není příliš vhodné v laboratoři tuto metodu používat.

Krystalizace volným chladnutím

Krystalizace volným chladnutím je založena na principu různé rozpustnosti látek při různých teplotách. Nejprve si za horka připravíme nasycený roztok, který přefiltrujeme. Následně takto nasycený roztok necháme postupně chladnout buď na laboratorním stole, nebo v termostatu. Takto se vyloučí opět dobře vyvinuté velké krystaly. Tento způsob krystalizace je možné použít pouze v případě látek, u kterých roste s teplotou jejich rozpustnost (např. KNO_3).

Rušená krystalizace

Rušená krystalizace je obdobou krystalizace volným chladnutím. Opět nejprve za horka připravíme nasycený roztok, případně roztok připravený za chladu zahustíme ke krystalizaci odpařením přebytečného rozpouštědla. Horký roztok nechladíme postupně, jako v případě krystalizace volným chladnutím, ale za stálého míchání ho prudce zchladíme vodou, popř. v ledové lázni. Tím se z roztoku vyloučí velké množství malých krystalů. Tato metoda je poměrně rychlá a v laboratoři velmi dobře využitelná. Platí zde, stejně jako u krystalizace volným chladnutím, že tuto metodu nelze použít u látek, u kterých se s teplotou nemění rozpustnost.

Krystalizace vyvolaná změnou rozpouštědla

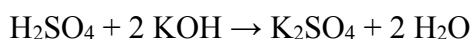
Princip metody spočívá v různé rozpustnosti látek v různých rozpouštědlech. Používáme mísitelná rozpouštědla s různými fyzikálně-chemickými vlastnostmi, většinou jedno polární a jedno nepolární. V laboratoři nejčastěji přidáváme do vodného roztoku aceton, nebo alkohol, čímž dojde ke snížení rozpustnosti ve směsi a tím k růstu krystalů.

7.1. Příprava a filtrace K₂SO₄

Chemikálie: kyselina sírová, H₂SO₄; hydroxid draselný, KOH

Pomůcky: odměrné baňky (50 ml, 100 ml), kádinka (100 ml), hodinové sklo, odsávací baňka, Büchnerova nálevka, exsikátor, skleněná tyčinka, pH papírky, váhy

Chemická rovnice:



Postup: V 50 ml odměrné baňce připravte roztok kyseliny sírové o koncentraci 1 mol/l. Ten přelijte do 150 ml kádinky a po malých dávkách přidávejte 2 M roztok hydroxidu draselného, který si připravíte v odměrné baňce o objemu 100 ml. Po každém přidavku směs promíchejte a pomocí pH-papírku sledujte pH. Měření pomocí papírku se provádí tak, že se papírek pomocí skleněné tyčinky ovlhčí studovaným roztokem. Papírek pro měření pH se nikdy nevkládá přímo do nádoby s měřeným roztokem. Hydroxid draselný přidávejte tak dlouho, až je vzniklá směs mírně zásaditá. Poté vzniklou směs zahustěte ke krystalizaci na vodní lázni a zchladte v ledové lázni. Vzniklé krystalky K₂SO₄ odsajte na Büchnerově nálevce a nechte v exsikátoru vysušit do příštího cvičení. Následující cvičení zvažte výsledný produkt.

POZOR: Je třeba lít vždy kyselinu do vody, nikdy ne opačně. To samé platí i pro rozpouštění hydroxidu. Postupně sypeme hydroxid do vody a rozpouštíme jej. Jak rozpouštění daných látek, tak následná neutralizace jsou exotermní děje, proto je nutné postupovat pomalu, abychom předešli varu a vyšpláchnutí žíravých roztoků.

Vyhodnocení: Spočtete a do protokolu uveďte výtěžek krystalizace, tedy poměr hmotnosti vykrystalizované látky k její teoretické hodnotě:

$$x = \frac{m_{\text{produktu}}}{m_{\text{výchozí látky}}}$$

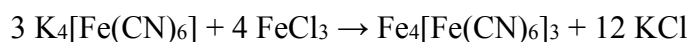
Výtěžek krystalizace je bezrozměrná veličina, vynásobíte-li ji stem, dostanete výtěžek v procentech.

7.2. Příprava a filtrace $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$

Chemikálie: hexakynoželeznatan draselný, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$; hexahydrát chloridu železitého, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$

Pomůcky: kádinky (50 ml, 100 ml), hodinové sklo, odsávací baňka, Büchnerova nálevka, exsikátor, skleněná tyčinka, váhy

Chemická rovnice:



Postup: 0,003 molu $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (žlutá krevní sůl) rozpustíte ve 20 ml destilované vody a za míchání vlijete do roztoku obsahujícího odpovídající množství $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 30 ml vody. Ihned po smíchání vznikne tmavě modrá gelovitá sraženina berlínské modří. Do kádinky s berlínskou modří přilijte 50 ml ethanolu a vzniklou směs promíchejte. Směs odsajte na Büchnerově nálevce a odsátou sraženinu několikrát promyjte malým množstvím vody a ethanolu v poměru 1:1. Získanou komplexní sloučeninu (Berlínská modř) převed'te na hodinové sklo a nechte do dalšího cvičení vysušit v exsikátoru. Následující cvičení zvažte výsledný produkt.

Vyhodnocení: Spočtete a do protokolu uveďte výtěžek krystalizace, tedy poměr hmotnosti vykrystalizované látky k její výchozí hmotnosti:

$$x = \frac{m_{\text{produktu}}}{m_{\text{výchozí látky}}}$$

Výtěžek krystalizace je bezrozměrná veličina, vynásobíte-li ji stem, dostanete výtěžek v procentech.

8. Dekantace a promývání na filtru

Vyloučíme-li z roztoku sraženinu nebo krystaly, je třeba je oddělit od matečného louhu a dalších nečistot. Filtrace zmíněná v předchozí kapitole není jediný způsob, jak pevnou látku separovat. Dalším způsobem je tzv. **dekantace**, která má tu výhodu, že v jejím průběhu pevnou látku také promýváme čistým rozpouštědlem a tím ze vzorku odstraňujeme nežádoucí látky v tomto rozpouštědle rozpustné. Jedná se o metodu, kdy necháme sraženinu sednout ke dnu a sléváme vyčeřený matečný louh, který se nad sraženinou vytvoří. Slévání musí být opatrné a dostatečně pomalé, aby nedošlo k rozvíření sraženiny a tím k rozptýlení zpět do matečného louhu. Je-li sraženina náchylná ke zvržení, můžeme k dekantaci také použít pipetu a matečný louh nad sraženinou odsát. Po slítí přidáme ke sraženině čisté rozpouštědlo a dekantaci můžeme opakovat. Takto popsaná dekantace je způsobena gravitační silou, která ovšem nemusí stačit k dostatečnému usazení sraženiny. Proto lze dát vzorek do centrifugy a tím nahradit gravitační sílu silou odstředivou. Síla, kterou je vlivem centrifugace působeno na vzorek, se v praxi často uvádí v násobcích tíhového zrychlení (g). Nazývá se relativní centrifugační síla (R) a je závislá na počtu otáček centrifugy za minutu (n) a poloměru centrifugy (r).

$$R = 1,12 \cdot n^2 \cdot r \cdot 10^{-5}$$

Takto lze tedy vyvinout mnohonásobně větší sílu působící na pevnou látku a tím vyvolat její rychlejší usazení u dna. Separace užitím centrifugy se hodí především pro amorfni pevné látky a koloidy, které nemají dostatečně velké částice k tomu, aby byly zachyceny na filtru, případně filtr ucpávají a tím je vyloučené užití filtrace.

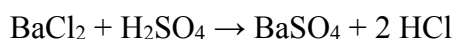
Máme-li dostatečně vyvinuté krystaly, lze provádět **promývání** přímo na filtru. Směs matečného roztoku s krystaly převedeme na filtr, kde dojde k oddělení pevné fáze od kapalné. Následně odfiltrované krystaly promýváme malým množstvím rozpouštědla, čímž odstraníme zbytky matečného louhu a ionty v tomto rozpouštědle rozpustné. Promývání je účinnější, pokud celý objem promývacího rozpouštědla rozdělíme na víc částí a promýváme vícekrát. Sraženinu promýváme tak dlouho, až je reakce na vymývané ionty negativní.

8.1. Dekantace a promývání sraženiny BaSO₄

Chemikálie: chlorid barnatý, BaCl₂; kyselina sírová, H₂SO₄

Pomůcky: kádinky (200 ml), hodinové sklo, odsávací baňka, Büchnerova nálevka, exsikátor, skleněná tyčinka, váhy

Chemická rovnice:



Postup: 5 g dihydrátu chloridu barnatého (toxický) rozpustíte v 200 ml kádince ve zhruba 50 ml horké vody (cca 80 °C) Připravený roztok barnaté soli udržujte horký a za stálého míchání přidávejte po kapkách roztok kyseliny sírové (1:5). Přídavkem kyseliny sírové vzniká bílá sraženina síranu barnatého, která podléhá sedimentaci. Po každém přídavku kyseliny sírové nechte matečný louh nad sraženinou vyčeřit a až poté přidejte další kapku H₂SO₄. Tento postup opakujte tak dlouho, dokud se tvoří sraženina BaSO₄. Poté nechte roztok vychladnout a usadit. Poté proveďte dekantaci. Čirý roztok nad sraženinou slévejte přes filtr tak, aby bílá sraženina zůstala v kádince. K ní pak přilejte 50-100 ml destilované vody, promíchejte, nechte znovu usadit a opět dekantujte. Dekantaci opakujte 3×. Zbude-li nad sraženinou roztok, který již nelze bezpečně slít, proveďte jeho odstranění pomocí pipety. Dekantovanou sraženinu nakonec odsajte na Büchnerově nálevce, převed'te na hodinové sklo a nechte do příštího cvičení vysušit v exsikátoru. Následující hodinu zvažte připravený BaSO₄.

POZOR: Při reakci vzniká HCl, proto je nutno úlohu provádět v digestoři.

Vyhodnocení: Spočtete a do protokolu uved'te výtěžek reakce, tedy poměr hmotnosti vykrytalizované látky k její vypočítané hmotnosti:

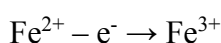
$$x = \frac{m_{\text{produktu}}}{m_{\text{výchozí látky}}}$$

8.2. Dekantace a promývání sraženiny Fe(OH)₃

Chemikálie: heptahydrát síranu železnatého, FeSO₄·7H₂O; chlorid amonný, NH₄Cl; kyselina dusičná, HNO₃; amoniak, NH₃

Pomůcky: kádinky (400 ml), hodinové sklo, odsávací baňka, Büchnerova nálevka, exsikátor, skleněná tyčinka, váhy

Chemická rovnice:



Postup: Ve 250 ml destilované vody rozpustíte 1,5 g zelené skalice. K roztoku přidejte 0,75 g chloridu amonného a následně 4,5 ml koncentrované kyseliny dusičné. Takto připravený roztok přikryjte vhodně velkým hodinovým sklem, umístěte na vařič a krátce povařte (cca 3 minuty). Tím dojde k oxidaci železnatých iontů na železité. Poté vařič vypněte a kádinku na něm nechte stát. Zvedněte krycí sklo a stříčkou ho opláchněte do kádinky se vzorkem. Poté povařený roztok srážejte malým přebytkem amoniaku zředěného 1 : 3. Přebytek amoniaku poznáte tak, že se již netvoří sraženina a roztok po amoniaku mírně zapáchá. Sraženinu nechte usadit na dně a proveďte dekantaci. Zbývající sraženinu rozmíchejte v cca 100 ml vody, opět nechte usadit a dekantujte. To proveďte celkem třikrát. Dekantovanou sraženinu nakonec odsajte na Büchnerově nálevce, převedte na hodinové sklo a nechte do příštího cvičení vysušit v exsikátoru. Připravený hydroxid železitý následující hodinu zvažte.

Vyhodnocení: Spočtete a do protokolu uveďte výtěžek reakce, tedy poměr hmotnosti vykrytalizované látky k její vypočítané hmotnosti:

$$x = \frac{m_{\text{produktu}}}{m_{\text{výchozí látky}}}$$

9. Fázové přechody

Jedná se o přechody látek mezi jednotlivými fázemi, tedy mezi pevnou, kapalnou a plynnou.

fáze	Název fázového přechodu	fáze
pevná	tání → ← tuhnutí	kapalná
kapalná	Vypařování, var → ← kondenzace	plynná
pevná	sublimace → ← desublimace	plynná

Tab. 4: přehled fázových přechodů

9.1. Tání

Tání je jev, při němž dochází k přechodu látky z pevné fáze do fáze kapalné. Dochází k němu při dosažení teploty tání. Jedná se o teplotu, při níž je pevná látka za normálního tlaku v rovnováze se svou taveninou. Teplota tání je fyzikální veličina, která je pro různé látky odlišná. V případě krystalických látek dochází k tání při konkrétní teplotě, zatímco v případě látek amorfních (které jsou někdy řazeny spíše do látek kapalných) dochází k tání ve větším rozmezí teplot (prakticky dochází vlivem teploty ke snižování viskozity amorfních látek). Teplota tání se stanovuje bodotávkou (Obr. 10). Stanovením teploty tání lze sledovat čistotu krystalických látek. Znečištění látek se totiž projevuje jednak zvětšením intervalu teploty tání a především snížením této teploty. Ke snížení pak dochází i v případě, že samotné nečistoty mají vyšší teplotu tání než krystalická látka, jejíž čistotu zjišťujeme. Tohoto jevu se využívá při tzv. **zonální tavbě**, která se používá k čištění pevných látek. Znečištěná látka je upravena do tyčovitěho tvaru, ve kterém prochází úzkým tavicím pásmem. Tam dochází k roztavení části vzorku (zóny). Prostor za zónou je pak ochlazováno a dochází zde ke krystalizaci výše tající složky směsi. Níže tající znečištěná část difunduje do tavicí zóny, čímž ji obohacuje o nečistoty. Začátek tyče je tedy chudší na nečistoty než její konec. Mnohonásobným provedením zonální tavby je možné na začátku tyče získat velmi čistou látku. Nečistoty jsou zpravidla zkoncentrovány přibližně v poslední desetíně vzorku. Opačným procesem k tání je **tuhnutí**. Kapalná látka tedy vlivem snižující se teploty přechází v látku pevnou. Teplota, při které k tomuto ději dochází, se nazývá teplota tuhnutí. Pro čisté krystalické látky platí, že se teploty tání a tuhnutí rovnají.



Obr. 10: Bodotávek

9.1.1. Stanovení teploty tání kyseliny jantarové

Chemikálie: kyselina jantarová ($C_4H_6O_4$)

Pomůcky: podložní sklíčka, špachtlička, bodotávek

Postup: Na podložní sklíčko přeneste ze zásobní lahve špachtličkou několik krystalků kyseliny jantarové. Sklíčko se vzorkem umístěte na vyhřívanou plotýnku bodotávku a nastavte teplotu tak, aby se zvyšovala rychlostí cca $5\text{ }^\circ\text{C}$ za minutu. Optikou mikroskopu sledujte zvyšující se teplotu a krystaly kyseliny jantarové. Bod tání určete tehdy, kdy vznikne tavenina vzorku (ztrácí se kontury krystalků). Měření ještě $3\times$ opakujte, přičemž při opakovaných měřeních snižte zvyšování teploty v okolí teploty tání na hodnotu cca $2\text{ }^\circ\text{C}$ za minutu.

Vyhodnocení: Ze získaných výsledků jednotlivých měření (x_i) spočtete dle níže uvedených rovnic průměrnou hodnotu (\bar{x}) a směrodatnou odchylku měření (σ). Do protokolu uveďte výpočty jednotlivých veličin a následně zapište výsledek ve tvaru $x = \bar{x} \pm \sigma$. Pokud se první hodnota (méně přesné měření z důvodu rychlejšího růstu teploty) výrazně liší od zbylých tří, zanedbejte ji:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n(n-1)}}$$

9.2. Vypařování

Vypařování je děj, při němž přechází kapalina v plynnou látku. Kapaliny se ze svého povrchu vypařují při každé teplotě, ovšem podle podmínek různou rychlostí. Nejjednodušším způsobem, jak zvýšit rychlost odpařování je zvětšit povrch kapaliny (například přelitím do širší kádinky). Druhou možností je zvýšením teploty dosáhnout, nebo se přiblížit k teplotě varu. Ta je definována jako teplota, při níž se tenze nasycených par kapaliny vyrovná okolnímu tlaku. Při této teplotě nedochází pouze k vypařování z povrchu, ale kapalina se vypařuje z celého svého objemu. Z definice je patrné, že teplotu varu lze ovlivnit změnou okolního tlaku (snížením tlaku se sníží teplota varu), nebo změnou složení par nad kapalinou (viz destilace s vodní parou). Opačným dějem k vypařování je kondenzace. Vypařování a následné kondenzace se s výhodou využívá při destilaci.

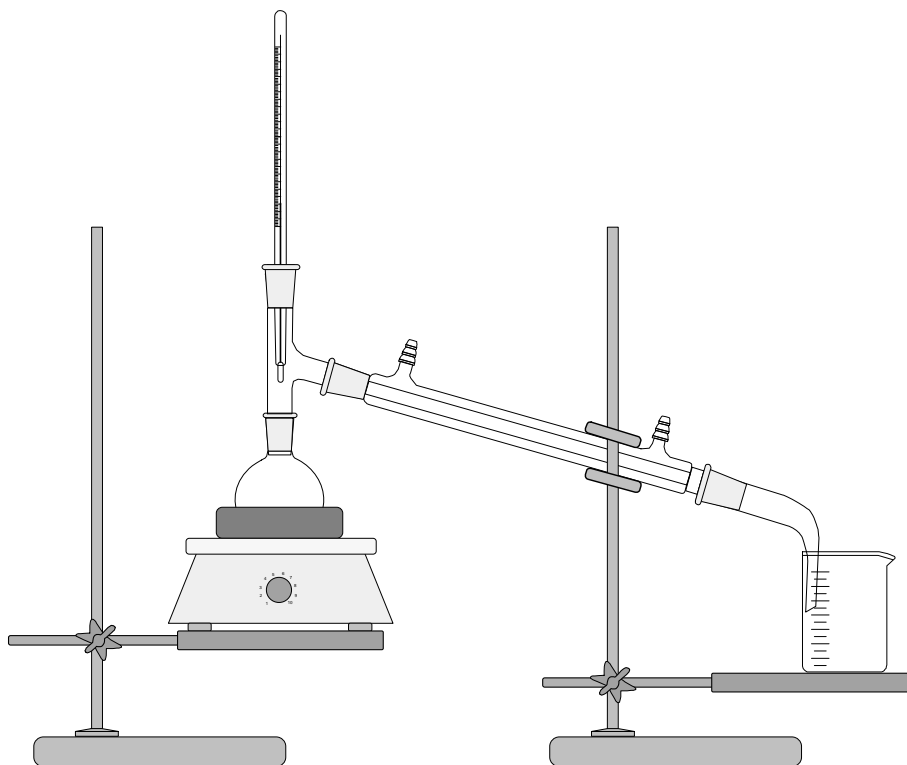
9.3. Destilace

Na základě různé teploty varu lze od sebe oddělit jednotlivé složky kapalné směsi. Tohoto faktu využívá čistící a dělicí metoda zvaná destilace. Obecně platí, že těkavější složka kapalné směsi přechází snáz v páry. Odpařením a následnou kondenzací tedy získáme destilát, který obsahuje těkavou složku a v destilační baňce zůstane složka méně těkavá. Podle složení směsi, jejích vlastností a vlastností jednotlivých složek směsi je třeba zvolit vhodný typ destilace, který umožní co nejúčinnější oddělení jednotlivých složek bez toho, aby došlo k jejich znehodnocení.

Destilace za normálního tlaku (prostá destilace)

Jedná se o nejjednodušší uspořádání destilace. Lze ji použít pro směsi látek, které se značně liší svou teplotou varu (alespoň 50 °C) a u kterých nehrozí rozklad vzorku vlivem teploty. Destilační aparatura je velmi jednoduchá (Obr. 11) a skládá se ze zdroje tepla, destilační baňky s kulatým dnem, destilačního nástavce, teploměru, chladiče, alonže a předlohy. Tepelný zdroj volíme podle teploty, při které budeme destilaci provádět. Je možné použít topné hnízdo, vodní lázeň, nebo kahan. Do varné baňky naplněné maximálně do 2/3 svého objemu vložíme navíc několik varných kamínků (např. úlomky porcelánu), které zabrání vzniku tzv. utajeného varu, což je metastabilní stav kapaliny, ke kterému dochází v dokonale hladkých nádobách. Vzniká přehřátím kapaliny nad její teplotu varu. Náhodný impuls pak vyvolá prudký var, čímž může dojít ke vzkypění kapaliny a jejímu přetečení do chladiče a do předlohy. Tím by se znehodnotil výsledek destilace a bylo by nutné ji provést znovu. Na varnou baňku přiděláme prostřednictvím zábrusu destilační nástavec s teploměrem. Teploměr neponoříme do destilované kapaliny, ale umístíme ho tak, aby byla jeho rtuťová kulička ve

výšce odvodu par do chladiče. Chladič volíme podle teploty varu destilátu. Pro vysoké teploty stačí vzdušný chladič a se snižující se teplotou volíme vodní chladič Liebigův, kuličkový, nebo nejúčinnější spirálový. Kuličkový a spirálový chladič pak musí být umístěny šikmo pod dostatečným úhlem, aby se v nich destilát nezadržoval, ale aby samovolně stékal do předlohy. Do chladičů, kde tvoří chladicí médium voda (Liebigův, kuličkový, spirálový), přivádíme vodu vždy proti proudu chlazených par. K chladiči je prostřednictvím zábrusu připojena alonž, jež ústí do předlohy. Tu může tvořit kádinka, nebo Erlenmayerova baňka.

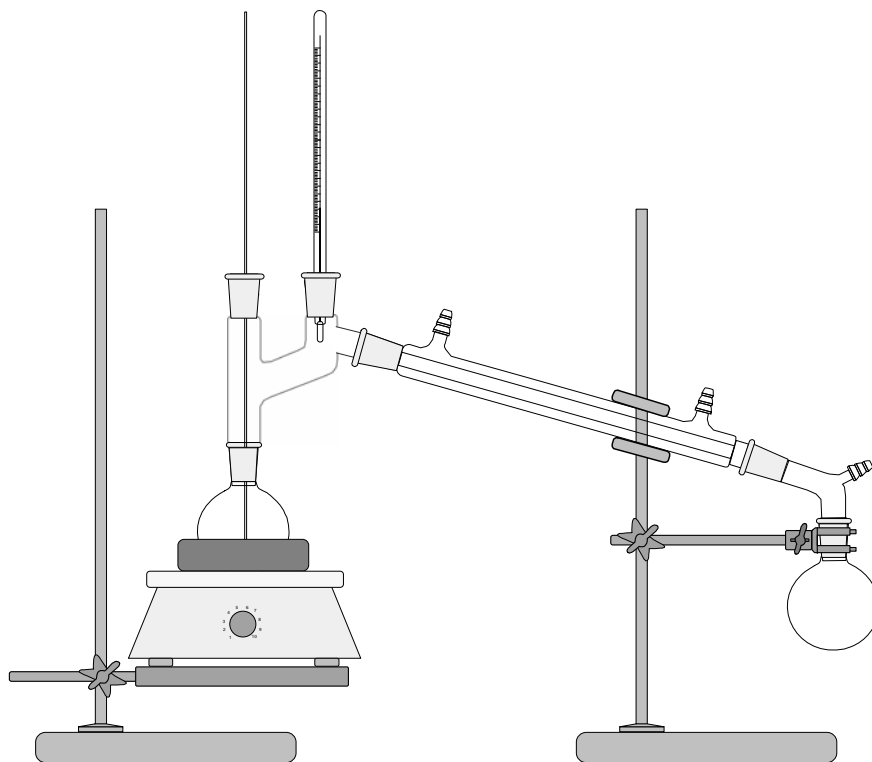


Obr. 11: Základní destilační aparatura

Destilace za sníženého tlaku (vakuová destilace)

V praxi se dost často setkáváme s případem, kdy je jedna, nebo více složek v destilované směsi teplotně labilní a při dosažení potřebné teploty dochází k jejímu rozkladu. Proto je u těchto směsí třeba hledat způsob, jak snížit teplotu varu. Dle definice výše lze snížit teplotu varu snížením okolního tlaku. Je tedy třeba modifikovat destilační aparaturu tak, aby bylo možno vnitřní prostor evakuovat. Aparatura pro destilaci za sníženého tlaku se kromě standardních komponent (varná baňka s kulatým dnem, chladič) skládá také z částí umožňujících snížení tlaku. Jedná se o Claisenův nástavec s teploměrem a kapilárou, vakuovou alonž a zdroj vakua, který je s alonží propojen přes pojistnou nádobu (vhodně orientovaná promývačka). Kádinku, či Erlenmayerovu baňku nahrazuje na místě předlohy opět baňka s kulatým dnem (v případě vakuové destilace používáme vždy baňky s kulatým dnem z důvodu zmenšení nebezpečí imploze). Kapilára prochází hrdlem baňky a ústí až do destilované kapaliny. Díky kapiláře se v destilační aparatuře udržuje konstantní tlak a dochází také k promíchávání vroucí kapaliny. Jako zdroj tepla používáme vodní lázeň či topné hnízdo.

Mezi sběrnou a pojistnou nádobu lze navíc napojit manometr pro měření vakua (Obr. 12). V současné době se však s takto sestavenou aparaturou setkáme jen velmi zřídka. V moderních laboratořích (především v laboratořích organické chemie) se již běžně nacházejí rotační vakuové odpary, které využívají právě principu vakuové destilace (Obr. 13).



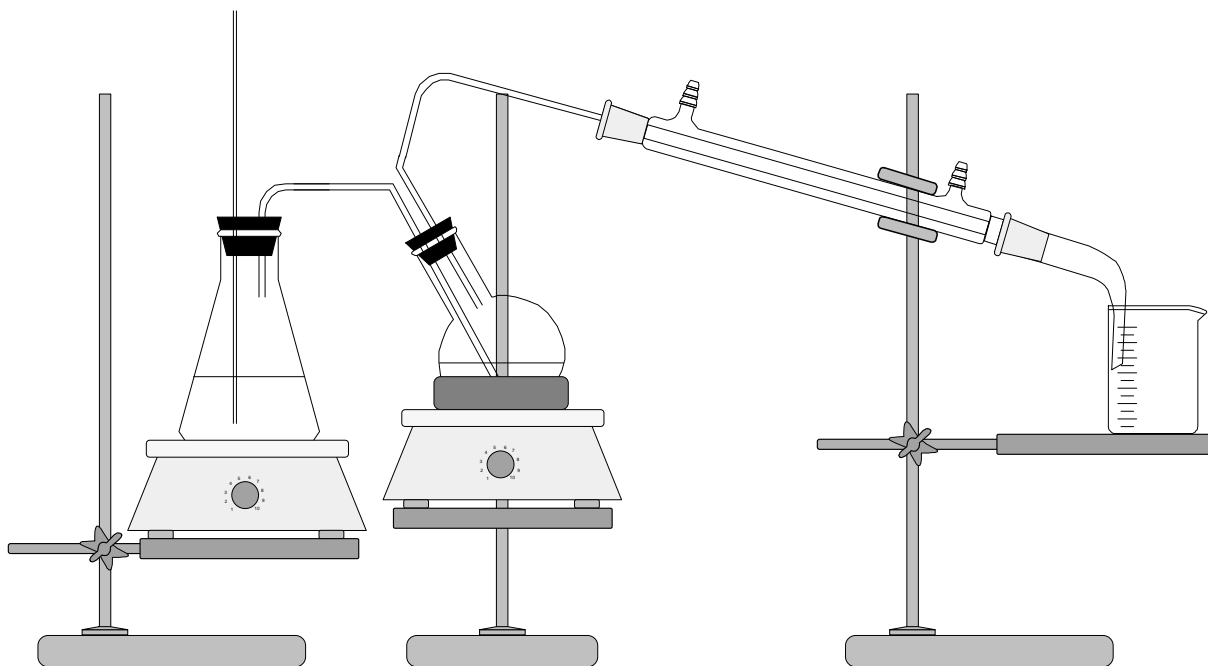
Obr. 12: Aparatura pro vakuovou destilaci



Obr. 13: Vakuová odparka

Destilace s vodní parou

Pro látky s vysokou teplotou varu, které nejsou mísitelné s vodou ani s ní nereagují (anilín) lze s výhodou využít destilace s vodní parou. Dle Daltonova zákona se celkový tlak par nad dvěma vzájemně nemísitelnými kapalinami rovná součtu parciálních tlaků jednotlivých složek. Z toho plyne, že se při zahřívání vyrovná tento součet tlaků nemísitelných složek okolnímu tlaku při nižší teplotě, než kdybychom zahřívali pouze čisté látky. Jak název napovídá, jednu z těchto složek tvoří vodní pára, druhou pak s ní nemísitelná, nejčastěji organická, látka. Aparatura pro destilaci s vodní parou se od aparatury pro destilaci za normálního tlaku liší pouze v připojení vyvíječe vodní páry namísto teploměru. Vyvíječ se skládá z nádoby s destilovanou vodou postavené na zdroji tepla, do níž je zavedena pojistná trubice vedoucí ke dnu nádoby (její konec musí být ponořen). Hladina vody v pojistné trubici informuje o velikosti přetlaku ve vyvíječi. Druhou trubicí je odváděna vodní pára do varné baňky s destilovanou kapalinou (Obr. 14).



Obr. 14: Aparatura pro destilaci s vodní parou

9.3.1. Destilace vody za normálního tlaku

Chemikálie: manganistan draselný (KMnO_4)

Pomůcky: topné hnízdo, stojan, varná baňka s kulatým dnem, destilační nástavec, teploměr, Liebigův chladič, alonž, předloha, varné kamínky

Postup: Do varné baňky s kulatým dnem nalejte do cca $2/3$ destilovanou vodu. Přidejte několik krystalků manganistanu draselného, čímž se voda zbarví do růžova. Nezapomeňte do baňky navíc vložit několik varných kamínků k zabránění utajeného varu. Baňku vložte do topného hnízda a přiďtelejte na ni destilační nástavec s teploměrem a chladič upevněný ve stojanu. Na chladič připevněte alonž a pod něj vložte předlohu. Připojte gumové hadice přítoku a odtoku vody. Po kontrole zapojení aparatury vedoucím cvičením zapněte přívod vody tak, aby voda protékala jen mírným proudem. Poté zapněte vyhřívání topného hnízda a začněte destilovat. Destilaci ukončete před odpařením veškeré vody z varné baňky.

Vyhodnocení: Do protokolu zaznamenejte pozorování destilace směsi vody a manganistanu draselného.

9.3.2. Destilace s vodní parou silic z koření

Chemikálie: aromatické koření (hřebíček, skořice, kmín, apod.)

Pomůcky: Erlenmayerova baňka, varná baňka s kulatým dnem, 2 gumové zátky s dvěma otvory, gumová zátky s jedním otvorem, skleněné trubičky, Liebigův chladič, alonž, předloha, varné kamínky, vařič, topné hnízdo, 2 stojany

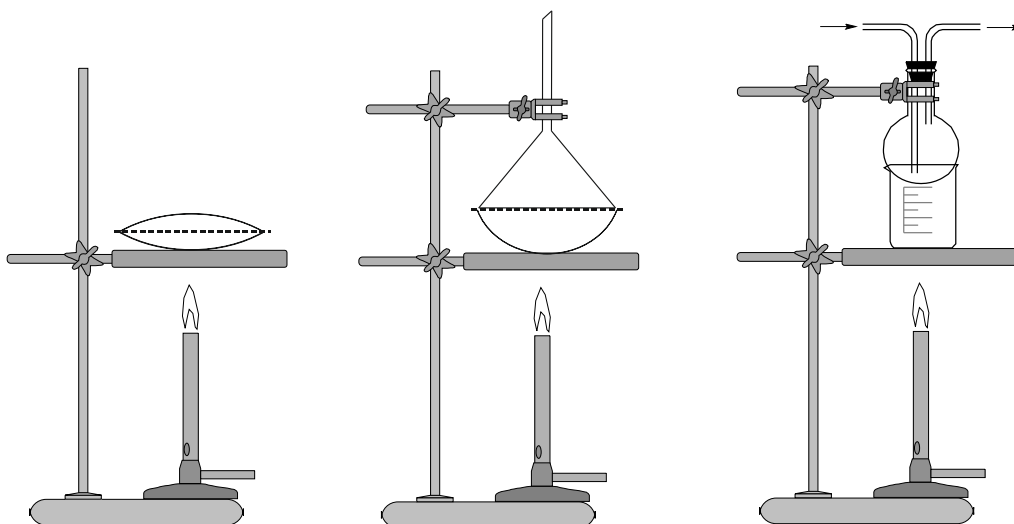
Postup: Erlenmayerovu baňku naplňte z poloviny destilovanou vodou, a přidejte k ní několik varných kamínků. Baňku uzavřete 2× vrtanou zátkou, umístěte ji na vařič a do zátky vložte trubičky podle nákresu aparatury pro destilaci s vodní parou (Obr. 14). Do varné baňky vsypte cca 10 g jemně nadrceného koření, které přilejte vodu na cca poloviční objem baňky. Baňku umístěte našikmo do topného hnízda a uzavřete ji 2× vrtanou zátkou, do níž vsuňte skleněnou trubičku z vyvíječe vodní páry tak, aby sahala pod hladinu destilované kapaliny. Do druhého otvoru v zátkce vložte trubičku vedoucí do Liebigova chladiče. Připojte chladič s alonží a předlohou a k chladiči připojte gumové hadice přítoku a odtoku vody. Po překontrolování aparatury vedoucím cvičením zapněte přítok vody do chladiče, zapnutím vařiče zahajte vyvíjení vodní páry a zapnutím topného hnízda začnete destilovat. Destilaci ukončete dříve, než se odpaří veškerá kapalina z varné baňky.

Vyhodnocení: Do protokolu zaznamenejte pozorování destilace. Byla-li destilace provedena správně, měly by být z destilátu intenzivně cítit silice koření.

9.4. Sublimace

Přímý fázový přechod mezi pevným a plynným skupenstvím se nazývá sublimace (pevná látka → plyn), resp. desublimace (plyn → pevná látka). Jedná se o rychlou a jednoduchou techniku sloužící k přečišťování pevných látek. Podle definice teploty varu lze analogicky definovat teplotu sublimace. Jedná se tedy o teplotu, při níž se tenze par tuhé látky vyrovná okolnímu tlaku. To, zda bude látka sublimovat nebo desublimovat záleží na typu vazeb v dané látce a na okolních podmínkách (tlaku a teplotě). Rozmezí tlaku a teploty, ve kterém látka sublimuje, se pak dá určit z fázového diagramu. Navíc není vždy pravidlem, že látky sublimující podléhají též desublimaci a opačně. Za normálních podmínek sublimují např. jód či suchý led (pevný CO_2). V běžné laboratoři lze sestavit aparaturu pro sublimaci hned několika způsoby. Nejjednodušší aparatura se skládá ze dvou hodinových sklíček se

zabroušeným okrajem, mezi něž vložíme perforovaný (proděravěný) filtrační papír, který zabrání zpětnému padání přesublimované látky. Druhou možností je využití porcelánové misky, na níž umístíme nálevku. Stopka nálevky zastává funkci vzdušného chladiče a dochází k ní tedy k desublimaci. Opět je vhodné vložit mezi misku a nálevku perforovaný filtrační papír, aby se zabránilo padání přečištěné látky zpět do surového produktu. Potřebujeme-li aparaturu s účinnějším chlazením, lze ji sestavit z kádinky a baňky s kulatým dnem. (Obr. 15). Do kádinky dáme znečištěnou látku a na kádinku posadíme vhodně velkou baňku s kulatým dnem. Baňku uzavřeme dvakrát vrtanou gumovou zátkou, do které vložíme jednu krátkou a jednu dlouhou skleněnou trubičku. Dlouhou trubičkou přivádíme studenou vodu a krátkou trubičkou ji odvádíme do odpadu. Průtokem vody je pak zajištěno stálé chlazení kulatého dna baňky, na kterém dochází ke krystalizaci přesublimované, tedy přečištěné, látky. Analogicky k vakuové destilaci lze i sublimaci provádět za sníženého tlaku. Aparatura může být opět velmi jednoduchá, skládající se ze dvou zkumavek, které jsou opatřeny jedna vnitřním a druhá vnějším zábrusem. Vnější zkumavka je připojena na zdroj vakua. Vnitřní zkumavka je připojena k chladicímu médiu a na jejích stěnách pak dochází k desublimaci. Výhoda vakuové sublimace spočívá v tom, že lze sublimovat i teplotně labilní láky, nebo látky, které za normálních podmínek nesublimují.



Obr. 15: Možnosti sestavení aparatury pro sublimaci

9.4.1. Sublimace kofeinu z černého čaje

Chemikálie: černý čaj

Pomůcky: kádinka, varná baňka s kulatým dnem, 2× vrtaná zátka, gumové hadičky, vaříč

Postup: Do kádinky vsypte 2 g jemně nadrceného černého čaje. Kádinku uzavřete varnou baňkou s kulatým dnem, do které jsou skrz dvakrát vrtanou baňkou zavedeny skleněné trubičky přítoku (delší trubička) a odtoku (kratší trubička) chladicí vody. Tím sestavíte aparaturu znázorněnou na obrázku (Obr. 15). Malým proudem nechte protékat vodu a zapněte vaříč. Látku je třeba zahřívat pomalu. Začnou-li přesublimované krystalky kofeinu hnědnout, znamená to, že je zahřívání moc intenzivní a produkt se pálí.

Vyhodnocení: Do protokolu uveďte výsledek pozorování, barvu a tvar krystalů kofeinu a po zvážení výtěžku spočtete obsah kofeinu v černém čaji.

9.4.2. Sublimace jodu ze směsi jod/písek

Chemikálie: jod, písek

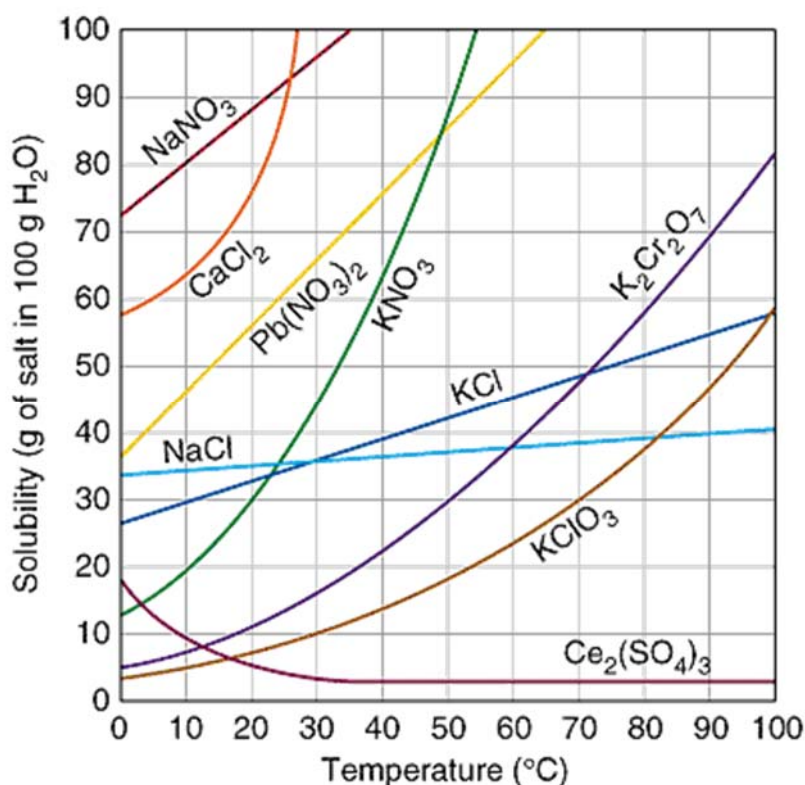
Pomůcky: 2 stejně velká hodinová skla, filtrační papír, stojan, železný kruh, kahan

Postup: Na stojan přidělejte železný kruh v takové výšce, aby bylo možné pod ním manipulovat s kahanem a zajistit postupné a ne moc prudké ohřívání. Na hodinovém skle smíchejte 0,5 g jodu s malou lžičkou písku a směs rovnoměrně rozprostřete. Sklíčko umístěte na železný kruh, přikryjte ho dobře perforovaným filtračním papírem (perforace = proděravění filtračního papíru) a přiklopte jej druhým hodinovým sklem. Spodní sklíčko pomalu zahřívejte kahanem, nejlépe svítivým plamenem. Na horním sklíčku dojde po chvíli ke vzniku krystalů jodu odděleného sublimací od písku.

Vyhodnocení: Přesublimovaný jod nechte vychladnout a zvažte jej. Do protokolu procentuálně vyjádřete výtěžek sublimace.

10. Rozpustnost

Jako rozpustnost označujeme schopnost látky rozpouštět se v látce jiné (rozpouštědlo, jako rozpouštědlo označujeme látku v nadbytku). Rozpuštěním jedné nebo více látek v rozpouštědlo pak vznikají homogenní vícesložkové soustavy, které označujeme jako roztoky. Roztoky mohou mít skupenství kapalné, plynné (např. vzduch) i pevné (slitiny). Složení roztoku se vyjadřuje užitím relativního obsahu složky v soustavě. K tomu se nejčastěji využívá hmotnostní či objemový zlomek (bezrozměrná veličina, která dává po vynásobení stem procentuální zastoupení), nebo látkové množství ($\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$). Pro stručnost se v tomto textu budeme zabývat pouze kapalnými roztoky vznikajícími rozpouštěním pevných látek v kapalných rozpouštědlech. Rozpuštění pevných látek, pokud jsou rozpustné v daném rozpouštědle, je vždy za dané teploty omezeno dosažením rovnovážného stavu, kdy se v systému nachází látka v rozpuštěném i pevném stavu. Systém v tomto stavu se nazývá nasycený roztok a množství látky v tomto roztoku vyjádřené hmotnostním zlomkem, nebo hmotností na 100 g rozpouštědla se označuje jako rozpustnost. Rozpustnost látek je závislá na teplotě. Neexistuje však obecné pravidlo, jak teplota rozpustnost ovlivňuje. Většinou se rozpustnost s rostoucí teplotou zvětšuje, jsou však látky, kde teplota nemá prakticky vliv, nebo u kterých se dokonce rozpustnost s rostoucí teplotou snižuje (Obr. 16).



Obr. 16: Křivky rozpustnosti vybraných látek

V určitých případech lze dosáhnout tzv. metastabilního stavu, kdy roztok obsahuje větší množství rozpuštěné látky, než odpovídá její rozpustnosti. Takový roztok se nazývá

přesycený a lze ho dosáhnout například ochlazením nasyceného roztoku látky, která má při nižší teplotě menší rozpustnost. Přesycené roztoky nejsou příliš stálé a iniciace vede k vykrystalizování přebytku rozpuštěné látky z roztoku.

10.1. Stanovení závislosti rozpustnosti anorganické soli na teplotě

Chemikálie: anorganická sůl (KCl, KNO₃)

Pomůcky: 3 větší hodinová sklíčka, pipeta, kádinka, skleněná tyčinka, keramická síťka, vaříč, vodní lázeň s termostatem

Postup: Natavte termostat na teplotu 20 °C a vložte do něj kádinku s cca 50 ml destilované vody. Jednotlivá podložní sklíčka popište (z vnější strany), aby bylo možné je od sebe rozeznat, zvažte je a jejich hmotnost si запиšte. Když je voda v kádince vytemperovaná, začněte v ní za intenzivního míchání rozpouštět anorganickou sůl. Přisypávejte ji tak dlouho, dokud nepřipravíte nasycený roztok (na dně zůstává trochu soli, která se již dále nerozpouští). Na hodinové sklíčko napipetujte 10 ml nasyceného roztoku a sklíčko se vzorkem ihned zvažte. Poté jej postavte na keramickou síťku umístěnou na vaříči a pomalým zahříváním nechte z roztoku odpařit všechno rozpouštědlo (vodu). Následně hodinové sklo odstavte z vaříče a nechte ho vychladnout. Během chladnutí můžete napipetovat dalších 10 ml roztoku na druhé sklíčko, opět ho zvažte, a na vaříči odpařovat rozpouštědlo (vodu). Po vychladnutí hodinového skla s vykrystalizovanou anorganickou solí jej zvažte. Odpaření a zvážení vzorku proveďte 3×. Stejně postupujte i pro teploty 40 °C a 60 °C.

Výpočty:

- hmotnost roztoku (m_r) se spočte jako rozdíl hmotnosti sklíčka s roztokem (m_{s+r}) a hmotnosti samotného sklíčka (m_s):

$$m_r = m_{s+r} - m_s,$$

- hmotnost anorganické soli na hodinovém skle (m_a) se spočte jako rozdíl hmotnosti sklíčka s anorganickým odparkem (m_{s+a}) a hmotnosti samotného sklíčka (m_s):

$$m_a = m_{s+a} - m_s,$$

- hmotnostní zlomek anorganické látky při dané teplotě se spočítá jako podíl hmotnosti anorganického odparu a hmotnosti roztoku:

$$w_a = \frac{m_a}{m_r},$$

- rozpustnost (x) vyjádřenou hmotností látky na 100 g rozpouštědla je pak možné vypočítat podle rovnice:

$$x = \frac{100}{m_r - m_a} m_a.$$

Vyhodnocení: Do protokolu uveďte rozpustnosti studované soli při daných teplotách (hmotnost látky na 100 g vody) a sestrojte graf závislosti rozpustnosti ve formě hmotnostního zlomku (osa y) na teplotě (osa x).

11. Titrace

Titrace, jinak volumetrie, či odměrná analýza patří k základním analytickým operacím používaným ke kvantitativnímu zjištění dané látky. Tedy ke zjištění množství dané látky obsažené v daném objemu titrovaného roztoku. Pro účely titrace lze využít všech chemických reakcí, které probíhají kvantitativně. Výhodné je pak využít takových reakcí, u kterých je dobře pozorovatelná, nebo měřitelná změna vlastností. Podle probíhající chemické reakce pak dělíme titrace do několika skupin, jako jsou acidobazické, oxidačně redukční (redoxní), komplexotvorné, či srážecí. Samotná odměrná analýza nese zpravidla název podle titračního činidla, tedy podle odměrného roztoku v byretě (např. máme-li v byretě hydroxid, jedná se o alkalimetrii).

Princip volumetrického stanovení je založen na určení bodu ekvivalence. Tedy stavu, kdy je v titrační baňce právě ekvimolární množství obou reagujících látek, resp. kdy je toto ekvimolární množství překročeno přidávkem poslední kapky titračního činidla. Bod ekvivalence se nejčastěji určuje barevnou změnou. Ta může být vyvolána samotnou barvou jedné z reakčních složek, nebo je do reakce přidáván indikátor, který na základě změny určité vlastnosti roztoku mění svou barvu. V případě srážecí titrace je pak bod ekvivalence moment, kdy se přidávkem titračního činidla již netvoří sraženina. Mimo zmíněné metody je možné využít i dalších vlastností, jako je pH, konduktivita, absorbance apod.

Volumetrická analýza začíná přípravou odměrných roztoků o přesné koncentraci. Díky znalosti přesné koncentrace a spotřeby odměrného činidla je pak možné spočítat koncentraci titrované látky. Proto je důležité věnovat tomuto kroku maximální pozornost. Odměrné roztoky se zpravidla připravují z takových látek, které mají jasně definovaný obsah a čistotu a časem nepodléhají změnám. Není-li možné takovou látku použít, je třeba po přípravě odměrného roztoku provést tzv. **standardizaci**. Jedná se o proces, kdy připravíme pouze přibližnou koncentraci titračního činidla a přesnou koncentraci určíme titrací standardu. Tedy látky o přesné koncentraci, která splňuje podmínky o definovaném obsahu, čistotě a časové stálosti. Teprve po standardizaci a tím zjištění přesné koncentrace odměrného roztoku můžeme přejít k samotnému stanovení koncentrace neznámého vzorku. Standardizace se používá například v alkalimetrii, kdy je hydroxid jako titrační činidlo nejprve standardizován pomocí kyseliny šťavelové. V praxi je velmi obtížné navázat přesně definovanou hmotnost, obzvláště vážíme-li na přesných analytických vahách (což by u volumetrické analýzy mělo být vždy). Proto se používá tzv. přibližně přesné vážení. Tato operace je založena na tom, že se nejprve podle požadované koncentrace odměrného roztoku spočítá navážka. Následně se naváží podle výpočtu přibližně stejné množství látky. Z displeje vah se opíše přesná hodnota navážky (m) a z té se následně pomocí objemu odměrné baňky (V) a molární hmotnosti látky (M_r) spočítá podle vzorce:

$$c = \frac{m}{M_r \cdot V}$$

přesná koncentrace (c) odměrného roztoku v odměrné baňce.

Po přípravě se odměrným roztokem naplní byreta a do titrační baňky se odpipetuje definovaný objem zkoumaného roztoku. Je-li třeba, přidá se ke zkoumanému roztoku též indikátor. Koncentrace titračního činidla a množství zkoumaného roztoku by mělo být nastaveno tak, aby spotřeba titračního činidla odpovídala 10–20 ml. Po naplnění byrety a napipetování zkoumaného roztoku do titrační baňky je možné přejít k samotné titraci. Ta se provádí tak, že se jednou rukou ovládá kohout byrety a druhou rukou se nepřetržitě míchá titrovaný roztok. Druhou možností je použití elektromagnetické míchačky. První titrace se provádí rychleji s menší přesností. Díky ní zjistíme přibližnou hodnotu spotřeby do bodu ekvivalence. Při druhé titraci pak titrujeme nejprve velkým přídavkem, před bodem ekvivalence zpomalíme a titrujeme přídavkem jedné kapky. Po přídavku vždy titrovaný roztok důkladně promícháme a sledujeme, zda došlo k požadované změně či nikoliv. Titraci provádíme 3× a k výpočtu pak použijeme průměrnou hodnotu.

Acidobazické titrace

Jedná se o titrace, ve kterých je využívána neutralizační reakce. Reaguje tedy kyselina se zásadou za vzniku jejich soli a vody. Tyto reakce neprovází viditelná změna barvy a je třeba použít vhodný acidobazický indikátor. Jedná se o organická barviva, která mají schopnost měnit svou barvu podle pH roztoku. Díky těmto indikátorům tedy lze sledovat změnu zabarvení roztoku v bodě ekvivalence. S ohledem na povahu reakce je třeba zvolit správný indikátor. Ten se volí podle hodnoty pH, ve které dochází k jeho barevné změně. Rozmezí, ve kterém k této barevné změně dochází, se nazývá funkční oblast indikátoru.

indikátor	zabarvení v kyselém pH	zabarvení v zásaditém pH	oblast barevného přechodu [pH]
methyloaranž	oranžové	žluté	3,4–4,4
methylnčerven	červené	žluté	4,2–6,3
bromthymolová modř	žluté	modré	6,0–7,6
fenolftalein	bezbarvé	fialové	8,0–9,8

Tab. 5: Přehled barevných změn a funkčních oblastí běžně používaných acidobazických indikátorů

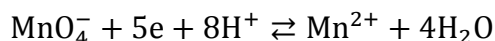
Podle titračního činidla rozlišujeme acidobazické titrace na acidimetrii (v byretě je kyselina) a alkalimetrii (v byretě je zásada). V praxi se používají pouze některé kombinace kyselin a zásad s ohledem na jejich sílu. Většinou se titruje silná kyselina silnou zásadou, slabá kyselina silnou zásadou, slabá zásada silnou kyselinou, nebo vícesytná kyselina silnou zásadou.

Oxidačně redukční titrace (redoxní titrace)

Podle povahy titračního činidla rozdělujeme oxidačně redukční titrace na oxidimetrii (v byretě je oxidační činidlo) a reduktometrii (v byretě se nachází redukční činidlo). Mezi hlavní metody odměrné oxidačně-redukční katalýzy patří manganometrie a jodometrie

Manganometrie

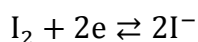
Manganistan draselný se v kyselém prostředí redukuje podle rovnice:



Z fialově zbarveného roztoku manganistanových iontů tedy vzniká bezbarvý roztok manganaté soli. Bod ekvivalence je tedy snadno pozorovatelný zbarvením titrovaného roztoku do růžova způsobeném prvním přebytkem činidla.

Jodometrie

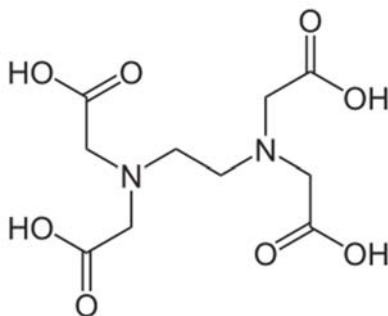
Jodometrie využívá zvrtné reakce podle rovnice:



Podle povahy ostatních reakčních komponent dochází buď k oxidaci jodidu, nebo k redukcí jódu. Pro indikaci bodu ekvivalence se používá škrobový maz, který dává již se stopami jódu intenzivní modré zbarvení.

Komplexotvorné titrace

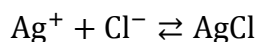
Komplexotvorné titrace jsou odměrná stanovení založená na vzniku komplexních sloučenin stanovovaných kovů a komplexotvorných činidel. Bod ekvivalence se detekuje změnou barvy komplexometrických indikátorů. Ty vytvářejí se stanovovaným kovem oproti komplexotvorným činidlům méně stabilní sloučeniny. V bodě ekvivalence odebírá komplexotvorné činidlo kationt indikátoru, který tím mění svou barvu a mění tedy i zbarvení celého roztoku. Protože se jedná o poměrně rozmanité spektrum reakcí a metod, které se pro tento typ titrací dají použít, uvedeme pouze jednu metodu. Tou je chelatometrie (komplexometrie). Při chelatometrii se jako komplexotvorné činidlo používá Chelaton 3 (dvojsodná sůl EDTA, Obr. 17). Chelatometricky se stanoví například tvrdost vody. Při tomto stanovení se jako indikátory užívají Eriochromčern T a Murexid (viz úloha níže).



Obr. 17: Molekula EDTA

Srážecí titrace

Při srážecích titracích probíhá mezi titrační a titrovanou látkou reakce za vzniku málo rozpustné sraženiny. I když vznikem sraženiny dochází k pozorovatelné změně a díky tomu by teoreticky nebylo třeba přidávat k titrované látce indikátor, je při některých reakcích vhodné indikátor použít pro zvýraznění dosažení bodu ekvivalence. Jako příklad srážecí reakce využívané pro titrace lze uvést argentometrii, kde se jako titrační činidlo používá dusičnan stříbrný. Ten používáme ke stanovení koncentrace chloridových iontů podle rovnice:



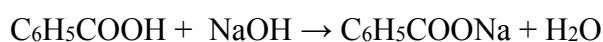
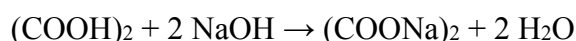
Pro indikaci bodu ekvivalence lze použít tzv. Mohrovy metody. Jako indikátor se používá chroman draselný, který reakcí se stříbrnými ionty poskytuje červenohnědý chroman stříbrný. Ten vzniká díky větší rozpustnosti až ve chvíli, kdy je z titrovaného roztoku spotřebován všechen chlorid. Bod ekvivalence je tedy doprovázen vznikem červenohnědé sraženiny

11.1. Volumetrické stanovení obsahu kyseliny benzoové

Chemikálie: kyselina šťavelová, $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$; hydroxid sodný, NaOH; kyselina benzoová, $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$; bromthymolová modř, fenolftalein

Pomůcky: kádinky, odměrné baňky (250 ml), byreta, titrační baňky, dělená pipeta (10 ml) váhy

Chemické rovnice:



Postup:

Standardizace odměrného roztoku NaOH (faktorizace)

Připravte si roztok hydroxidu sodného o přibližné koncentraci $0,005 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$. 0,05 g hydroxidu sodného rozpustíte v kádince v malém množství vody. Takto připravený roztok analyticky převed'te do 250 ml odměrné baňky a doplňte po rysku. Pro standardizaci použijte roztok kyseliny šťavelové o přesné koncentraci (přibližně $0,003 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$). Spočítejte si navážku kyseliny šťavelové na koncentraci $0,003 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ pro

objem 250 ml. Navažte přibližně stejné množství kyseliny šťavelové a přesnou navážku si запиšte. Z ní pak zpětně spočítejte přesnou koncentraci kyseliny šťavelové, kterou budete dále používat. Byretu naplňte nad rysku připraveným roztokem hydroxidu sodného a objem dorovnejte po rysku odpuštěním přebytku kohoutem tak, aby v něm nezůstal žádný vzduch. Do titrační baňky odpipetujte 10 ml připraveného roztoku kyseliny šťavelové a přidejte 2 kapky indikátoru bromthymolové modři. Do titrační baňky přidejte trochu destilované vody pro pohodlnější míchání daného roztoku. Následně titrujte do změny zbarvení ze žluté na světle modrou. Spotřebu hydroxidu sodného si запиšte a titraci opakujte ještě 2×.

Stanovení kyseliny benzoové

Byretu naplňte po rysku roztokem hydroxidu sodného. Do titrační baňky odpipetujte 5 ml kyseliny benzoové, přidejte 2 kapky indikátoru fenolftalein a opět přilijte trochu destilované vody pro pohodlnější míchání roztoku. Následně titrujte do změny zbarvení z čiré na světle fialovou. Titraci opět proveďte 3×.

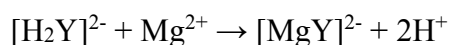
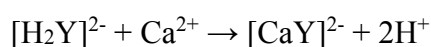
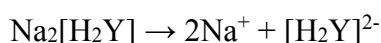
Vyhodnocení: Nejprve vypočtete z průměrné hodnoty spotřeby NaOH a známého objemu a koncentrace kyseliny šťavelové přesnou koncentraci hydroxidu sodného. Následně spočítejte pomocí průměrné spotřeby hydroxidu sodného a jeho přesné koncentrace molární koncentraci kyseliny benzoové.

11.2. Chelatometrické stanovení tvrdosti vody

Chemikálie: Chelaton 3, Eriochromčern T, Murexid, hydroxid sodný, Schwarzenbachův pufr o pH = 10 (směs NH₄Cl a NH₄OH)

Pomůcky: byreta, stojan, titrační baňky, odměrné baňky, kádinky, špachtlička, odměrný válec, váhy

Chemické rovnice:



Postup:

Příprava roztoků

Do 250 ml odměrné baňky napipetujte 25 ml stanovovaného vzorku (voda z kohoutku) a baňku po rysku doplňte destilovanou vodou. Do odměrné baňky o objemu 150 ml navažte přibližně 2,5 g Chelatonu 3, rozpusťte jej v destilované vodě a doplňte po rysku. Z přesné hodnoty navážky Chelatonu 3 pak spočítejte jeho přesnou koncentraci. Přibližně 1 M hydroxid sodný připravte rozpuštěním 2 g hydroxidu v odměrné baňce o objemu 50 ml.

Stanovení obsahu vápenatých a hořečnatých iontů

Byretu naplňte po rysku roztokem Chelatonu 3. Do titrační baňky odpipetujte 25 ml stanovovaného vzorku a přilijte do něj vhodné množství destilované vody. Přidejte 5 ml Schwarzenbachova pufru a špičku špachtle Eriochromčerni T. Roztok titrujte Chelatonem 3 do bodu ekvivalence, který se projeví změnou barvy z vínově červené na modrou. Titraci opakujte ještě 2×.

Stanovení obsahu vápenatých iontů

V silně alkalickém prostředí se hořečnaté ionty vysráží ve formě hydroxidu hořečnatého. Díky čemuž s Chelatonem 3 reagují pouze vápenaté ionty.

Do titrační baňky napipetujte opět 25 ml stanovovaného vzorku a přilijte vhodné množství destilované vody. Přidejte 5 ml 1 M hydroxidu sodného a špičku špachtle Murexidu. Roztok titrujte Chelatonem 3 do bodu ekvivalence, který se projeví změnou barvy z červené na modrofialovou. Titraci opakujte ještě 2×.

Vyhodnocení: Z průměrné spotřeby Chelatonu 3 v první titraci spočítejte množství vápenatých a hořečnatých iontů ve stanovovaném vzorku. Z průměrné spotřeby Chelatonu 3 v druhé titraci spočítejte množství pouze vápenatých iontů ve stanovovaném vzorku. Ze získaných hodnot na závěr vypočítejte hmotnostní koncentraci vápenatých a hořečnatých iontů v kohoutkové vodě (mg/l).

12. Sušení

Sušením rozumíme zbavování látek vody (v praxi nejčastěji), případně jiné kapaliny. Vlhkost je možné z látek odstraňovat fyzikálně nebo chemicky. Fyzikálními metodami odstraňování vlhkosti rozumíme umístění látky do suché atmosféry, popřípadě přehánění látky suchým vzduchem, nebo zahřívání, působení infralampy, či vymrazování. Chemické sušení je pak založeno na principu odebrání vody vhodným dehydratačním činidlem. Vysoušet lze látky pevné, kapalné i plynné s tím, že pro každé skupenství je vhodné zvolit jinou techniku. V této kapitole se budeme věnovat pouze sušení látek pevných a kapalných. Sušení plynů bude zmíněno v kapitole věnující se práci s plyny.

Pevné látky vysoušíme fyzikálními metodami. Není-li látka hygroskopická (hygroskopie je schopnost látky pohlcovat vzdušnou vlhkost), můžeme látku sušit volným stáním na vzduchu. To je však poměrně pomalé, proto je vhodné sušení urychlit použitím proudu suchého vzduchu, zvýšením teploty, snížením tlaku, nebo kombinací zmíněného. Sušit pevnou látku zvýšením teploty lze pod infralampou, v laboratorní sušárně nebo pro vyšší teploty (nad 200 °C) v muflové peci. Je-li látka teplotně velmi stabilní, je možné ji žíhat na kahanu. Látka se umístí na porcelánovou misku, ta se vloží do železného kruhu a za stálého míchání skleněnou tyčinkou se látka žihá do sucha. Vlhkost lze z pevné látky také odpařit snížením tlaku. Toho se využívá ve spojení s exsikátorem, nebo použitím vakuové sušárny.

Po vysušení pevné látky je třeba ji nechat vychladnout (v případě sušení zvýšením teploty) a uchovávat tak, aby opět nezvlhla. K tomuto účelu se používají exsikátory. Jedná se o skleněné nádoby se zábrusovým víkem obsahující na dně silně hygroskopickou látku, která udržuje vzduch v exsikátoru prostý vlhkostí. Nejčastěji se jako dehydratační činidla v exsikátoru používají pevné hydroxidy alkalických kovů (NaOH, KOH), konc. kyselina sírová (do exsikátoru se nenalévá, ale zvlhčují se jí skleněné kuličky, které se vloží na dno), oxid fosforečný (patří mezi nejúčinnější vůbec), nebo vysušený silikagel. Silikagel je pórovitý SiO_2 ve formě kuliček. Sám o sobě je bezbarvý, ale v laboratoři se často barví chloridem kobaltnatým, který má funkci indikátoru vlhkosti. Chlorid kobaltnatý se vyznačuje tím, že má jinou barvu v bezvodém stavu (modrá) a jinou v hydratované formě (růžová). Díky tomu je možné jednoduše odlišit, zda je takto upravený silikagel vysušený nebo ne. Silikagel lze při 150 °C zregenerovat (vysušit) a opět použít. Exsikátor lze samozřejmě použít i k samotnému sušení. To je však časově velmi náročné, proto je vhodné zvýšit účinnost sušení snížením tlaku připojením vakua pomocí kohoutu ve vrchní části víka exsikátoru.

Sušení kapalin (organických rozpouštědel) je prováděno přímým stykem kapaliny se sušidlem, které je v dané kapalině nerozpustné, ale má dobrou schopnost vázat vodu. Další podmínkou je samozřejmě to, že sušidlo nesmí se sušenou kapalinou chemicky reagovat. Látek vhodných k sušení kapalin je celá řada, jejich výběr je závislý především na vlastnostech rozpouštědla, které chceme vysušit. Nejčastěji užívanými sušícími látkami jsou bezvodý síran hořečnatý, uhličitan sodný, chlorid vápenatý, hydroxidy sodný a draselný, oxid fosforečný apod. Další možností, která je dnes v praxi mnohem častěji používána, je sušení

prostřednictvím hygroskopických molekulových sít. To jsou krystalické zeolity s definovanou strukturou velikosti pórů. Díky tomu je možné přes ně oddělit větší molekuly od menších.

12.1. Odstranění krystalové vody z hexahydrátu chloridu vápenatého

Chemikálie: hexahydrát chloridu vápenatého, $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pomůcky: porcelánová miska, skleněná tyčinka, stojan, železný kruh, železné kleště, kahan, váhy (předvážky)

Postup: Do porcelánové misky navažte 10 g jemně rozetřeného hexahydrátu chloridu vápenatého. Misku vložte na železný kruh uchycený na laboratorním stojanu a postupně ji zahřívejte. Práškový chlorid po chvíli roztaje ve své krystalové vodě, která se poté bude odpařovat. Po odpaření veškeré vody zůstane v misce odparek bezvodého chloridu vápenatého. Ten po vychladnutí zvažte.

Vyhodnocení: Na základě hmotností hydratovaného a bezvodého chloridu vápenatého spočítejte, kolik molekul vody připadajících na jednu molekulu chloridu vápenatého jste odstranili. Úspěšnost odstranění pak vyjádřete v procentech.

12.2. Odstranění koordinačně vázané vody z modré skalice

Chemikálie: modrá skalice, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Pomůcky: žíhací kelímek, exsikátor, železné kleště, sušárna, analytické váhy

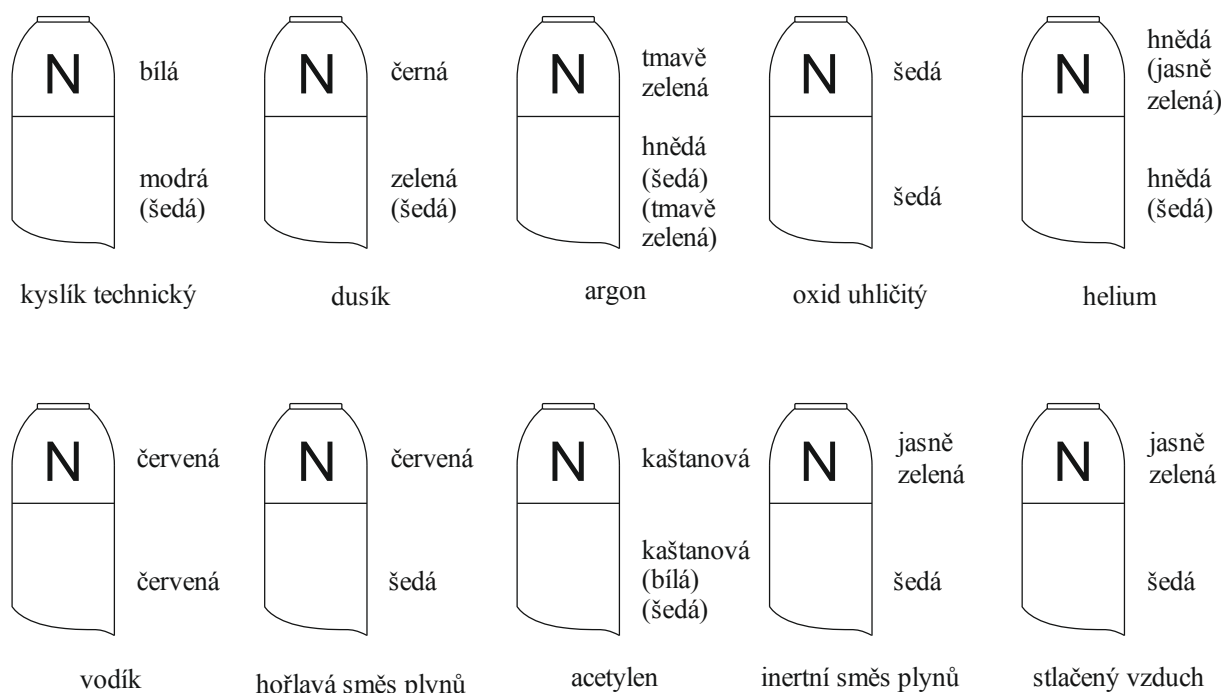
Postup: Čistý porcelánový kelímek vložte do sušárny nastavené na teplotu 130 °C. Po 15 minutách kelímek železnými kleštěmi vyjměte ze sušárny a vložte jej do exsikátoru. Počkejte, až kelímek vychladne, a pak jej zvažte na analytických vahách a jeho hmotnost si запиšte. Do kelímku navažte přibližně 0,5 g pentahydrátu síranu měďnatého a запиšte si přesnou navážku. Kelímek s modrou skalicí vložte do sušárny a nechte jej zhruba 45 minut sušit. Poté vytáhněte kelímek ze sušárny a nechte ho vychladnout v exsikátoru a vychladnutý kelímek poté zvažte.

Vyhodnocení: Z rozdílu hmotností před sušením a po sušení spočítejte, kolik molekul vody bylo vlivem teploty odstraněno. Vysvětlete, proč nejde vlivem dané teploty odstranit z pentahydrátu síranu měďnatého všech 5 molekul vody.

13. Práce s plyny

V chemické laboratoři se často setkáváme s nutností používat nejrůznější plyny. Může se jednat o plyny, které samy vstupují do chemické reakce (vodík, chlor, amoniak, oxid uhličitý, oxid siřičitý, atd.), nebo o plyny, které zajišťují inertní atmosféru (dusík, argon, apod.). Tyto plyny lze v laboratoři získat buď z ocelových lahví, nebo je možné je připravit v nejrůznějších vyvíječích.

Průmyslově vyráběné plyny jsou do laboratoří dodávány v ocelových tlakových lahvích. Tyto lahve musí splňovat přísné podmínky, které jsou ustanoveny v evropské legislativě. Každá lahev je označena štítkem, který obsahuje název, adresu a telefonní číslo výrobce, bezpečnostní pokyny, bezpečnostní značky, složení plynu nebo plynné směsi, úplný název a popis plynu podle ADR (dopravní předpisy), čísla ES a CAS (identifikace podle mezinárodních seznamů chemických látek), označení výrobku výrobcem a upozornění výrobce. Každá lahev je navíc podle typu plynu označena barevně (Obr. 18). Dle normy je barevné značení předepsáno pro horní zaoblenou část lahve. Barva válcové části není normou předepsána, nejčastěji je však šedá nebo v barvě horní zaoblené části (výjimku tvoří lahve pro medicínální použití, kde jsou válcové části lahví bílé). Lahve navíc v zaoblené části obsahují velké tiskací písmeno N, které značí, že se jedná o nový způsob značení (změněno roku 1998).



Obr. 18: Barevné značení tlakových lahví

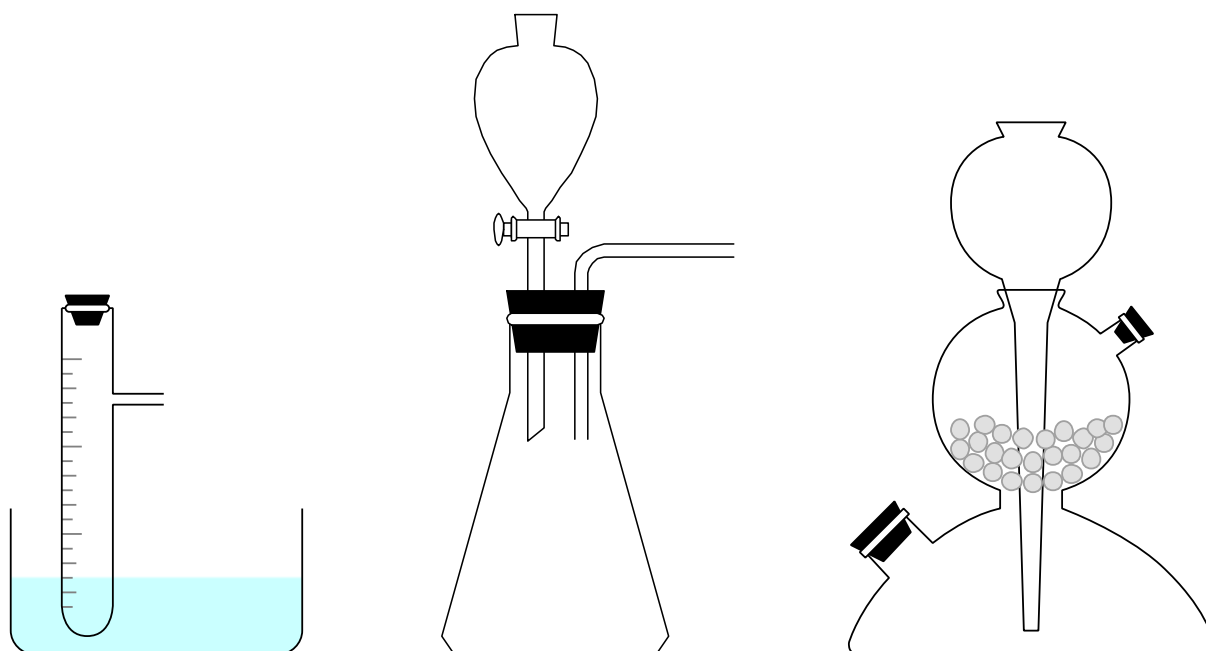
K odběru plynu z tlakových lahví se používají dva typy ventilů. Jedná se o redukční a jehlové ventily. Jehlové ventily jsou méně používané a jsou jimi osazeny lahve se silně korozivními plyny (poškodily by membránu v redukčním ventilu). Pro zbylé plyny se používají redukční ventily, které jsou osazeny manometry měřícími tlak v lahvi a tlak odebíraného plynu.

Postup pro odebírání plynu:

- i. uzavřít na doraz uzavírací ventil,
- ii. odšroubovat regulační šroub,
- iii. otevřít ventil na lahvi (manometr ukáže tlak plynu v lahvi),
- iv. zašroubováním regulačního šroubu nastavit tlak na manometru odebíraného plynu,
- v. otevřením uzavíracího ventilu nastavit požadovaný proud plynu.

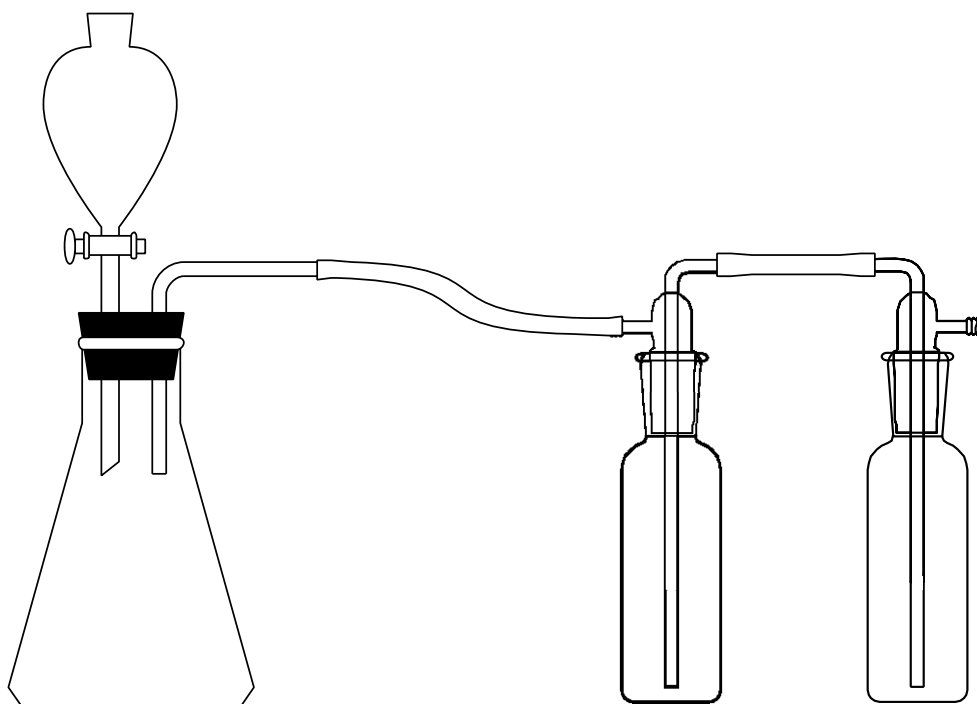
Tlakové lahve musí být umístěny na k tomu vyhrazeném místě a připevněny řetízkem tak, aby nemohlo dojít k jejich pádu a byly chráněny před ohřátím. Tlakové ventily, především v případě kyslíku, nikdy nemažeme organickými mazivy, např. vazelínou (hrozí nebezpečí výbuchu).

Druhou možností je připravit plyn vhodnou chemickou reakcí přímo v laboratoři. Nejjednodušší vyvíječ plynů lze sestavit z odsávací baňky a dělicí nálevky, z níž se přikapává kapalina a postranním vývodem se odvádí připravený plyn (Obr. 19). Takto probíhající reakce se jen těžko reguluje, a proto je vhodnější využít sofistikovanějších vyvíječů. Mezi ně patří především Kippův přístroj (Obr. 19). Jedná se o zařízení, které při přerušení odebírání plynu automaticky zastaví probíhající reakci oddělením reakčních komponent. Na porcelánovou destičku ve střední části se umístí dostatečně velké kousky pevné látky. Otevře se ventil pro odvod plynu a do horní nádoby se nalije kapalná složka reakce (nejčastěji kyselina). Kapalínu protékající do spodní nádoby naléváme tak dlouho, dokud se v ní neponoří pevná látka na porcelánové destičce. Tím začne probíhat chemická reakce a začne se uvolňovat plyn, který se odvádí pryč kohoutem. Ve chvíli, kdy kohout zavřeme, začne ve střední nádobě vznikat přetlak, který sníží hladinu a vytlačí kapalinu ze spodní nádoby do vrchního rezervoáru. Tím se oddělí kapalná složka od tuhé a reakce přestane probíhat. Opětovným otevřením ventilu přeteče kapalina zpět do spodní části Kippova přístroje a reakce začne opět probíhat. Na vrchu Kippova přístroje může být umístěn kapalinový uzávěr, který zabraňuje unikání nežádoucích výparů do okolí.



Obr. 19: Jednoduchý vyvíječ plynu (a), aparatura pro vývoj plynu (b) a Kippův přístroj (c)

Před použitím samotného plynu je velmi často nutné ho přecistit a vysušit. To se týká hlavně případů, kdy plyn připravujeme sami přímo v laboratoři. Oba tyto procesy se často spojují v jeden. Plyny lze sušit, případně čistit v promývačkách (Drechslerovy promývačky), U-trubicích či sušících věžích, kterými se daný plyn prohání. Všechny tyto nádoby musí být naplněny vhodnou sušící látkou, která plyn vysuší a vyčistí, ale se samotným plynem nereaguje. Nejčastěji užívanými sušícími látkami jsou koncentrovaná kyselina sírová, chlorid vápenatý, silikagel či oxid fosforečný. Pro co nejúčinnější vysušení je vhodné plyn co nejvíce rozptýlit. Toho lze dosáhnout např. použitím promývačky s fritou. Při sestavování aparatury pro sušení je vhodné mezi nádobu, ve které se plyn vyvíjí a nádobu, ve které se plyn suší umístit tzv. pojistnou promývačku. Tím se zabrání nechtěnému kontaminování vyvíjecí směsi sušící látkou (Obr. 20). Účinnou metodou sušení plynů je také jejich vymrazování, při kterém se plyn vede např. U-trubicí podchlazeným prostředím.



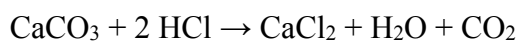
Obr. 20: Schéma zapojení pojistné promývačky

13.1. Příprava CO₂

Chemikálie: uhličitan vápenatý (CaCO₃), kyselina chlorovodíková (HCl)

Pomůcky: Erlenmeyerova baňka (500 ml), dělicí nálevka (250 ml), promývačka, skleněné tyčinky, hadičky, kádinky, svíčky, pH-metr

Chemická rovnice:



Postup: Sestavte aparaturu dle obrázku (Obr. 19). Do Erlenmeyerovy baňky o obsahu 500 cm³ vložte několik kousků mramoru, nebo několik lžiček práškového CaCO₃, a do dělicí nálevky nalijte kyselinu chlorovodíkovou o koncentraci 2 mol·dm⁻³. Z dělicí nálevky začněte pomalu přikapávat kyselinu na uhličitan vápenatý, čímž se začne vyvíjet oxid uhličitý. Ten nechte chvíli vyvíjet naprázdno tak, aby se aparatura zcela zaplnila oxidem uhličitým, který je těžší než vzduch a díky tomu jej vytlačuje. Poté vložte

trubičku, ze které uniká oxid uhličitý, do kádinky se zapálenými svíčkami v různých výškových úrovních a sledujte, jak postupně zhasínají. Po zhasnutí všech svíček vyjměte koncovou trubičku, vložte ji do kádinky s destilovanou vodou s pár kapkami indikátoru methylčerveň a nechte plyn vodou probublávat.

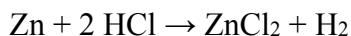
Vyhodnocení: Do protokolu uveďte výsledky pozorování a vysvětlete důvod změny zabarvení indikátoru.

13.2. Příprava a jímání H₂

Chemikálie: kyselina chlorovodíková (HCl), kovový zinek (Zn)

Pomůcky: frakční baňka, dělicí nálevka, kádinka, zkumavka, odměrný válec, skleněné trubičky, hadičky, kahan

Chemická rovnice:



Postup: Sestavte aparaturu dle obrázku Obr. 19. Do frakční baňky vložte několik peciček kovového zinku. Do dělicí nálevky nalijte zředěnou kyselinu chlorovodíkovou (1 : 1). Z dělicí nálevky začněte přikapávat kyselinu na kousky zinku. Tím nastartujete reakci, při níž se začne vyvíjet vodík. Vývoj plynu se projeví jeho bubláním v kádince s vodou. Plyn nechte chvíli vyvíjet na prázdno tak, aby vodík vypudil z frakční baňky zbytky vzduchu. Poté vývod vodíku ponořte pod vodu, přiložte k němu zkumavku naplněnou vodou a jímejte vznikající vodík. Ve chvíli, kdy plyn ze zkumavky vytlačí veškerou vodu, ji utěsněte prstem a přeneste ji k plynovému kahanu. Zkumavku přiblížte k plamenu, oddělejte prst a ústím ji vložte těsně k plamenu kahanu. Následně mohou nastat 2 varianty. Buď se ozve tzv. štěknutí, tedy zapálení třaskavé směsi vodíku s kyslíkem (v případě, že nebyl z frakční baňky zcela vypuzen všechen vzduch). Nebo vodík pouze shoří (v případě, že byl ve zkumavce opravdu pouze čistý vodík), což lze pozorovat orosením stěn zkumavky.

14. Hustota

Hustota představuje fyzikální veličinu vyjadřující poměr hmotnosti látky k objemu, který látka zaujímá. Je tedy definována vztahem:

$$\rho = \frac{m}{V}.$$

Protože objem látky závisí na okolní teplotě a tlaku (u plynů nejvíce, u pevných látek nejméně), závisí na těchto parametrech i hustota. Proto je vždy třeba uvést nejen hodnotu hustoty, ale i podmínky, při kterých daná látka této hodnoty dosahuje. Hustota se měří na základě vztlaku těles v kapalině (Mohrovy vážky) či směsi kapalin (vznášecí metoda) nebo vážením přesně daného vytlačeného objemu kapaliny (pyknometr).

Vztlaku těles v kapalině využívají ponorné hustoměry. Jedná se nejčastěji o skleněné zařízení používané k měření hustoty kapalin, které má ve spodní části závaží (rtuť, olovo) a na stopce je vyznačena stupnice s hodnotami hustoty. (Obr. 21) Na hustoměru je vždy uvedena teplota, pro kterou je hustoměr kalibrován. Hustota se hustoměrem měří pouhým ponořením do kapaliny a odečtením hodnoty, kterou na stupnici vytyčí hladina kapaliny. Je nutné si dát pozor na prvky, které by mohly znehodnotit měření, jimiž jsou nejčastěji nečistoty a bubliny na hustoměru. Výsledek může být také ovlivněn dotýkáním se hustoměru nádoby (válce), ve které hustotu měříme. Máme-li sadu několika hustoměrů, které na sebe podle stupnice navazují, postupujeme vždy od nejlehčího (hustoměr na nejmenší hustotu) k nejtěžšímu (hustoměr na největší hustotu). Tím zabráníme tomu, že bychom zvolili nevhodný hustoměr, který by se potopil na dno. Pozor na rozbití!



Obr. 21: Sada hustoměrů

K odměřování přesného objemu kapaliny se používají pyknometry. Jedná se o skleněnou nádobu se zábrusovým hrdlem, do kterého se vsunuje zábrusová zátka s kapilárou. Ta v zátce

slouží k naplnění hustoměru až „po okraj“. Pyknometr se naplní zhruba do třetiny až poloviny zábrusového hrdla a pomalu se uzavře zátkou. Kapilárou se vytlačí přebytečná kapalina, kterou otřeme prstem (nikdy filtračním papírem, který by z kapiláry vysál kapalinu). Skleněný povrch osušíme filtračním papírem, aby na něm nezůstala žádná kapalina, jejíž hmotnost by znehodnotila měření a zvážíme. Pyknometry jsou stejně jako hustoměry kalibrovány na určitou teplotu, která je na nich vyznačena, proto je při manipulaci držíme vždy pouze za hrdlo, abychom je zbytečně neohříváme. Lze jimi měřit hustotu kapalin a pevných látek, kdy měření hustoty pevných látek je podmíněno jejich velikostí. Musí být totiž v podobě tělísek, které lze vpravit hrdlem dovnitř pyknometru.

Stanovení hustoty kapalin pyknometrem:

- zvážíme hmotnost suchého pyknometru (m_p),
- naplníme pyknometr destilovanou vodou a zvážíme ho (m_{p+v}),
- vylijeme z pyknometru vodu a vysušíme ho,
- naplníme pyknometr studovanou kapalinou a zvážíme ho (m_{p+k}),
- z hmotnosti suchého pyknometru a pyknometru s vodou zjistíme hmotnost samotné vody:

$$m_v = m_{p+v} - m_p,$$

- analogicky spočítáme hmotnost studované kapaliny:

$$m_k = m_{p+k} - m_p,$$

- ze známé hustoty vody (ρ_v) a z její hmotnosti spočítáme její objem, který odpovídá objemu pyknometru při aktuální teplotě a tedy i objemu studované kapaliny:

$$V = \frac{m_v}{\rho_v},$$

- ze hmotnosti studované kapaliny a z jejího objemu nakonec spočítáme její hustotu (ρ_k)
- dosazením dílčích výpočtů do jednoho vztahu získáme výpočet hustoty studované kapaliny:

$$\rho_k = \frac{m_{p+k} - m_p}{m_{p+v} - m_v} \rho_v.$$

Stanovení hustoty pevných látek:

- zvážíme tělísko studovaného kovu (m_t),
- pyknometr naplníme destilovanou vodou, uzavřeme zátkou a zvážíme jej (m_{p+v}),
- do pyknometru vhodíme tělísko studovaného kovu, uzavřeme zátkou a opět jej zvážíme (m_{p+v+t}),
- z navážených dat spočítáme hmotnost vody vytlačené tělískem:

$$m_v = m_t + m_{p+v} - m_{p+v+t},$$

- ze známé hustoty vody (ρ_v) a její hmotnosti spočítáme objem vytlačené vody tělískem, který odpovídá objemu samotného tělíska:

$$V = \frac{m_v}{\rho_v},$$

- dosazením dílčích výpočtů do jednoho vztahu získáme výpočet hustoty studovaného tělíska:

$$\rho_t = \frac{m_t + m_{p+v} - m_{p+v+t}}{m_v} \rho_v.$$

14.1. Stanovení hmotnostní koncentrace H_2SO_4 měřením její hustoty

Chemikálie: zředěná kyselina sírová (H_2SO_4)

Pomůcky: sada hustoměrů, pyknometr, váhy, rukavice

Postup: Zředěnou kyselinu sírovou o neznámé koncentraci nalejte do odměrného válce do takové výšky, aby bylo možné do ní ponořit skleněný hustoměr. Hustotu měřte postupně tak, že začnete hustoměrem na nejmenší hustotu a postupujte po řadě k hustoměrům na větší hustotu tak dlouho, dokud se daný hustoměr do kyseliny neponoří tak, že z něj bude možné hustotu odečíst. Dejte pozor na to, aby se hustoměr nedotýkal stěny odměrného válce, což by znehodnotilo naměřený výsledek. Hustotu kyseliny si zapište a měření ověřte pomocí pyknometru. Postupujte přesně podle návodu výše a měření proveďte 3×. Pracujte v rukavicích, abyste se kůži nedostali do kontaktu s kyselinou sírovou.

Vyhodnocení: Do protokolu uveďte naměřené výsledky hustoty pomocí hustoměru a pomocí pyknometru. Výsledky získané pomocí pyknometru uveďte ve tvaru $\rho = \bar{\rho} \pm \sigma$ (analogicky podle úlohy kontrola pipety na straně 20). Podle tabulek zjistěte hmotnostní koncentraci kyseliny sírové a porovnejte rozdíl mezi hustotou/hmotnostní koncentrací měřenou hustoměrem a pyknometrem.

14.2. Stanovení hustoty zinku a cínu

Chemikálie: granulovaný zinek, kapky kovového cínu, destilovaná voda

Pomůcky: pyknometr, váhy, teploměr, kádinka

Postup: ze zásobní lahve vyberte 5 granulí zinku a 5 kousků cínu. Rozmístěte je na filtrační papír tak, aby nemohlo dojít k jejich záměně a zavažte je. Pro stanovení jejich hustoty postupujte podle návodu výše.

Vyhodnocení: Z naměřených výsledků spočítejte vámi naměřenou hustotu zinku a cínu. Hustoty uveďte ve tvaru $\rho = \bar{\rho} \pm \sigma$ (analogicky podle úlohy kontrola pipety na straně 20). Dále vyhledejte tabulkové hodnoty hustoty obou kovů a odchylku naměřené hodnoty od tabulkové vyjádřete v procentech podle vzorce:

$$x = \frac{|\bar{\rho} - \rho_t|}{\rho_t} \cdot 100.$$

16. Použité a doporučené zdroje

- Herchel R. a kol.: Laboratorní technika, Olomouc, 2009
- Hrabálek A. a kol.: Chemická laboratorní technika pro farmaceuty, Praha, Nakladatelství Karolinum 2007
- Doležal J. a kol.: Analytická chemie pro pedagogické fakulty, Praha, SPN 1966
- Čtrnáctová H. a kol.: Chemické pokusy pro školu a zájmovou činnost, Praha, Prospektrum 2000
- Klikorka J. a kol.: Úvod do preparativní a anorganické chemie, Praha, SNTL 1972
- Gažo J. a kol.: Všeobecná a anorganická chémia, Bratislava, SNTL 1974
- Cídllová H.: Laboratorní cvičení z anorganické chemie, Brno, 2005
- E. Buchar a kol.: Praktická cvičení z organické chemie, Praha, SPN 1970
- Kotrly S. a kol.: Handbook of chemical equilibria in analytical chemistry, Ellis Horwood Ltd, 1985
- Štulík K. a kol.: Chemické a Analytické tabulky, Praha, Grada 1999
- Bartsch H.: Matematické vzorce, Praha, Academia 2008
- Mareček A. a kol.: Chemie – sbírka příkladů pro SŠ, Praha, Proton 2001
- Přehled a použití ručních hasicích přístrojů:
<http://www.firebrno.cz/vase-cesty-k-bezpeci/hasici-pristroje> [03.09.2013]
<http://www.hasici-pristroje.net/hasici-pristroje/> [03.09.2013]
- První pomoc:
http://www.fch.vutbr.cz/ictep/studijni_materialy/Prakt_OCH/Prvni_%20pomoc.pdf [03.09.2013]
- Bezpečnost práce a první pomoc:
<http://aplchem.upol.cz/predmety/BZP/BZP-Inovace2012.pdf> [03.09.2013]