

Západočeská univerzita v Plzni

Fakulta pedagogická

Bakalářská práce

**VYBRANÉ PŘÍPRAVY ANORGANICKÝCH PREPARÁTŮ
V LABORATOŘI**

Nikola Pohrancová

Plzeň 2012

Prohlašuji, že jsem práci vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a zdrojů informací.

V Plzni2012

.....

Poděkování:

Na tomto místě bych ráda poděkovala panu Ing. Janu Hrdličkovi Ph.D. za jeho vstřícnost, odborné vedení a v neposlední řadě za čas, který mi věnoval.

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta pedagogická

Akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Nikola POHRANCOVÁ**
Osobní číslo: **P09B0042P**
Studijní program: **B1001 Přírodovědná studia**
Studijní obor: **Chemie se zaměřením na vzdělávání**
Název tématu: **Vybrané přípravy anorganických preparátů v laboratoři**
Zadávací katedra: **Katedra chemie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Prostudovat doporučenou literaturu.
2. Navrhnout reakce proveditelné s dostupnými chemikáliemi.
3. Vybrat vhodné práce a vyzkoušet popsany postup přípravy.
4. Připravit návody pro modelovou sadu příprav anorganických preparátů s využitím získaných poznatků o průběhu reakcí.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy: **40 stran**
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

Volín M.: Návod k laboratorním cvičením z anorganické chemie. SPN, Praha 1957.

Klikorka J., Klazar J., Zástěra A., Horák J.: Úvod do preparativní anorganické chemie. SNTL, Praha 1960.

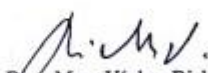
Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Jan Hrdlička, Ph.D.**
Katedra chemie

Datum zadání bakalářské práce: **15. června 2011**

Termín odevzdání bakalářské práce: **30. dubna 2012**


Doc. PaedDr. J. Coufalová, CSc.
děkanka




Doc. Mgr. Václav Richtř, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. června 2011

Obsah

| | |
|---|----|
| 1 Úvod..... | 1 |
| 2 Teoretická část..... | 3 |
| 2.1 Bezpečnost práce v laboratoři | 3 |
| 2.1.1 Charakter používaných látek v laboratoři | 3 |
| 2.1.2 Nehody, úrazy v chemické laboratoři a první pomoc | 6 |
| 2.1.3 Laboratorní řád | 6 |
| 2.2 Záznamy o práci v laboratoři | 7 |
| 2.2.1 Vedení záznamů – laboratorní deník..... | 7 |
| 2.2.2 Protokol | 7 |
| 2.3 Laboratorní potřeby..... | 7 |
| 2.3.1 Nádobí skleněné | 7 |
| 2.3.2 Nádobí porcelánové..... | 9 |
| 2.3.3 Kovové pomůcky | 10 |
| 2.3.4 Plastové pomůcky | 10 |
| 2.4 Základní laboratorní práce..... | 11 |
| 2.4.1 Vážení..... | 11 |
| 2.4.2 Měření objemů kapalin..... | 12 |
| 2.4.3 Stanovení hustoty | 13 |
| 2.4.4 Měření pH | 14 |
| 2.4.5 Zahřívání | 14 |
| 2.4.6 Chlazení..... | 16 |
| 2.4.7 Dělení směsí | 16 |
| 3 Praktická část..... | 24 |
| 3.1 Neutralizace..... | 24 |
| 3.1.1 Příprava 10 g chloridu amonného, NH_4Cl | 24 |

| | |
|--|----|
| 3.2 Rušená krystalizace | 26 |
| 3.2.1 Přečištění 15 g dichromanu draselného, $K_2Cr_2O_7$ | 26 |
| 3.3 Srážení | 28 |
| 3.3.1 Příprava 20 g chromanu olovnatého, $PbCrO_4$ | 28 |
| 3.4 Konverze | 31 |
| 3.4.1 Příprava 20 g dusičnanu draselného, KNO_3 | 31 |
| 3.5 Cementace | 33 |
| 3.5.1 Příprava 10 g mědi, Cu | 33 |
| 3.6 Příprava kamenců typu $M^I M^{II}(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ | 35 |
| 3.6.1 Příprava 10 g dodekahydrátu síranu draselno-chromitého, $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ | 35 |
| 3.7 Příprava oxidů chromu | 38 |
| 3.7.1 Příprava 10 g oxidu chromitého, Cr_2O_3 | 38 |
| 3.7.2 Příprava 10 g oxidu chromového, CrO_3 | 40 |
| 3.8 Příprava komplexních sloučenin | 41 |
| 3.8.1 Příprava 15 g hexahydrátu tetrakis(trimolybdatu)fosforečnanu amonného, $(NH_4)_3[P(Mo_3O_{10})_4] \cdot 12H_2O$ | 41 |
| 3.9 Příprava hydrátů | 44 |
| 3.9.1 Příprava 10 g dihydrátu chloridu měďnatého, $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ | 44 |
| 3.10 Rozpouštění oxidů kovů v kyselině | 45 |
| 3.10.1 Příprava 20 g hexahydrátu dusičnanu měďnatého, $Cu(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ | 45 |
| 3.11 Oxidace a redukce - zkumavkové reakce běžných oxidovadel ($KMnO_4, K_2Cr_2O_7$)..... | 47 |
| 3.11.1 Reakce manganistanu draselného, $KMnO_4$ | 48 |
| U třetí zkumavky je patrné, že zde byl dán velký přebytek manganistanu, proto je roztok fialový..... | 50 |
| 3.11.2 Reakce dichromanu draselného, $K_2Cr_2O_7$ | 50 |
| 4. Závěr..... | 52 |
| 5 Seznam použité literatury..... | 53 |
| 6 Resumé | 54 |

| | |
|-----------------|----|
| 7 Přílohy | 55 |
|-----------------|----|

1 Úvod

Experimentování je součástí všech přírodních věd a tedy i chemie a to ve všech odvětvích. Laboratorní cvičení z anorganické chemie mají nezastupitelnou roli ve výuce a to nejenom na vysokých školách. Fakulta musí vzít v potaz ekonomické i environmentální hledisko. Dále se klade důraz na snížení rizik, která souvisejí s manipulací toxických, či jinak ohrožujících látek na životě. Cílem laboratorního cvičení je praktické poznání chemických látek na základě pokusů a porovnávání těchto poznatků s teoretickými principy, které se studenti naučili na přednáškách anorganické chemie. Přináší studentům i řadu dalších poznatků. Naučí se, jak manipulovat s látkami, nádobím i ohněm. Dále laboratorní cvičení studenty naučí trpělivosti a preciznosti práce. Čím více zkušeností mají studenti v laboratoři, tím jsou samostatnější a obratnější v základních laboratorních operacích, jako je vážení, odměřování kapalin, neutralizaci apod. Laboratorní cvičení připraví studenty na jejich následnou pedagogickou i laboratorní praxi.

Náplní mé bakalářské práce je navržení deseti prací pro cvičení z anorganické chemie. Jeden laboratorní blok zahrnuje celkem šest cvičení. Studenti se při těchto deseti pracích seznámí se základními laboratorními technikami, jako je například destilace, filtrace, neutralizace, srážení, zahušťování kapalin a v neposlední řadě i vážení, pipetování, správné odměřování kapalin a měření hustoty. Jako další cíl jsem si zvolila dodržování bezpečnosti práce v laboratoři. Studenti si musí uvědomit, proč se chovat bezpečně a jaké riziko by mohlo nést jejich neopatrné či neohleduplné chování. Posluchači se naučí využívat své znalosti v praxi. Nedílnou součástí práce v laboratoři je vedení laboratorního deníku a následné vypracování protokolu.

Práce je rozdělena na teoretickou a praktickou část. V teoretické části se zaměřuji na seznámení s bezpečností práce, podáním první pomoci při úrazu, s laboratorním nádobím, s charakterem používaných látek v laboratoři, s vypracováním protokolu a se základními laboratorními metodami.

Praktická část je zaměřena na návrh šesti laboratorních cvičení. Velkou pozornost jsem soustředila na kritické body u jednotlivých návodu a na dobu přípravy, která je vždy uvedena bez sušení. Posledním bodem praktické části jsou zkumavkové reakce s manganistanem draselným a chromanem draselným. Studenti si ověří, jak tyto látky reagují

v kyselém, zásaditém a neutrálním prostředí. Zkumavkové reakce jsem zařadila z toho důvodu, protože mám velmi dobrou zkušenost s tím, že si člověk lépe pamatuje reakce, které viděl nebo je dokonce sám provedl.

2 Teoretická část

2.1 Bezpečnost práce v laboratoři

Obecně pro bezpečnou práci v laboratoři platí, že zde nepijeme, nejíme, nekouříme a chováme se tak, abychom neporanili sebe ani nikoho jiného. Dále dodržujeme laboratorní řád, který nám je přečten a vysvětlen na začátku každého bloku laboratorních cvičení.

Každý student, který se chce účastnit laboratorních cvičení, je povinen podepsat, že byl poučen o bezpečnosti v laboratoři. Student je také povinen nahlásit jakékoliv zranění, které si v laboratoři přivodí.

Před každým laboratorním cvičením nám odborný asistent řekne, na co si dávat pozor a jak zacházet s látkami, se kterými budeme pracovat.

Pro bezpečnost se hodí citát: *Pouze dávka rozhoduje, je-li látka jedem.* (Paracelsus)⁽¹⁾

2.1.1 Charakter používaných látek v laboratoři

Každý člověk musí být seznámen s případným nebezpečím, se kterým se může setkat při práci v laboratoři.

Škodlivé látky lze rozdělit podle působení a mechanismu vstupu do organismu na leptavé, leptavé a jedovaté, jedovaté, hořlavé a výbušné. Látky leptavé působí zevně. Mezi tyto látky patří kyseliny, zásady a sloučeniny reagující s vodou kyselé nebo zásadité. Jedná se například o sloučeniny H_2O_2 , $AgNO_3$, $Br_2(l)$. Pro ochranu používáme ochranné rukavice, pracovní oděv, brýle či štít. Pro manipulaci s látkou vždy použijeme vhodnou ochrannou pomůcku. Látky leptavé a jedovaté způsobují dráždění tkání při vdechování. Patří sem mnoho látek o vyšší koncentraci, jedná se například o tyto sloučeniny - NH_3 , NO_2 , H_2S , SO_2 , Cl_2 , apod. Pro ochranu pracujeme v digestoři a dostatečně větráme laboratoř. Třetí skupinou jsou látky jedovaté, které způsobují vnitřní otravy vstřebáváním kůží nebo požitím. Tyto látky jsou velmi nebezpečné, a proto se snažíme předejít otravám tím, že v laboratoři nemáme ani otravinu ani pití. Dále chemikálie nebereme do rukou. Pokud dojde k potřísnění pokožky, ihned ji omyjeme. Tím zabráníme horšímu poleptání. Poslední skupinou jsou látky hořlavé a výbušné. S takovými látkami pracujeme obzvlášť opatrně. Výbušniny dělíme na látky rozkládající se po světelné, mechanické, tepelné nebo chemické iniciaci. Mezi tyto látky patří například jododusík nebo acetylidy. Hořlaviny mají také své rozdělení a to na plynné, kam

patří zemní plyn a CO, dále na kapalné hořlaviny, kam patří aceton, ethanol, ether. Poslední skupinou hořlavín jsou hořlaviny tuhé, kam řadíme hliník, hořčík, síru nebo papír. ⁽¹⁾

Tabulka 1.: Podle nebezpečnosti dělíme kapalné hořlaviny do čtyř tříd hořlavosti:

| <i>Třída hořlavosti</i> | <i>Označení v Evropě</i> | <i>Teplota vzplanutí</i> | <i>Příklady</i> |
|-------------------------|--------------------------|---|--|
| <i>I.</i> | <i>AI</i> | <i>do 23°C</i> | <i>aceton, methanol, toluen</i> |
| <i>II.</i> | <i>AII</i> | <i>23 - 61°C</i> | <i>xylén, butanol, kyselina octová</i> |
| <i>III.</i> | <i>AIII</i> | <i>Nad 61°C</i> | <i>Fenylhydrazin</i> |
| | <i>B</i> | <i>Bod vzplanutí nižší než 23°C, rozpustnost ve vodě při 15°C</i> | <i>ethanol, methanol, aceton</i> |

(1)

Protipožární opatření

1. Při práci pracovat v digestoři nebo dostatečně větrat.
2. Lze skladovat nejvýše 5 l hořlavé kapaliny I. třídy ve skleněné nádobě.
3. V každé laboratoři je sněhový hasicí přístroj.

Všechny nebezpečné látky nesou symbol konkrétního nebezpečí spojeného s těmito chemikáliemi. Na etiketách jsou dále uvedeny rizikové a bezpečnostní fráze v souladu s pravidly Evropské Unie.

R – věty: vyjadřují charakter nebezpečnosti látek, existují i jejich kombinace

S – věty: vyjadřují pokyny pro bezpečné zacházení nebezpečnými chemikáliemi, existují i jejich kombinace

Tabulka 2.: Výstražné symboly nebezpečnosti látek:

| E: výbušný | O: oxidující | F+: extrémně hořlavý |
|---|---|---|
|  |  |  |

F: vysoce hořlavý



T+: vysoce toxický



T: toxický



C: žravý



Xi: dráždivý



Xn: zdraví škodlivý



N: nebezpečný pro životní prostředí



(3)

Vzorový příklad etikety o nebezpečnosti chemikálie:

Methanol, methylalkohol:

CH₄O, CH₃OH, M_r 32,04



(4)(5)

R: 11-23/25 11°C

S: 2-7-16-24-45

↑

teplota vzplanutí

použité R a S věty:

R 11 vysoce hořlavá

R 23 jedovatá při vdechování

R 25 jedovatá při požití

S 2 uchovávejte mimo dosah dětí

S 7 uchovávejte nádobu těsně uzavřenou

S 16 uchovávejte mimo dosah zdrojů vznícení

S 24 zamezte styku s pokožkou

S 45 v případě úrazu nebo necítíte-li se dobře, okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc (je-li možno, ukažte tento štítek) ⁽¹⁾

2.1.2 Nehody, úrazy v chemické laboratoři a první pomoc

V chemické laboratoři může dojít k různým úrazům a nehodám. Je nutno si uvědomit, že ve většině případů se tyto nehody či úrazy přihodí kvůli nedodržení laboratorního řádu a nedodržení bezpečné práce v laboratoři. Proto bychom se těmto chybám měli co nejvíce vyhýbat a uvědomovat si, co děláme a jak to děláme.

I při největší opatrnosti se může stát, že dojde k poranění. Mezi nejčastější úrazy v laboratoři patří poleptání, pořezání a popálení.

K poleptání dojde při polížení kyselinou či zásadou. Při poleptání okamžitě zasažené místo omyjeme vodou. Dříve se doporučovalo při poleptání kyselinou neutralizovat roztokem hydrogenuhličitanu sodného, při poleptání zásadou neutralizovat borovou vodou. Neutralizace se v dnešní době nedoporučuje, protože nevíme jaké množství použít. Proto pouze omyjeme vodou a případně vyhledáme lékařskou pomoc. Při zasažení očí postupujeme obdobně, oči promyjeme důkladně vodou a vždy vyhledáme lékařskou pomoc.

K pořezání může dojít při sestavování aparatur, při práci se sklem, či při neopatrném zacházení se skleněným nádobím. První pomoc provedeme tak, že necháme chvíli téci krev, poté přiložíme sterilní obvaz, při silném krvácení přiložíme obvaz tlakový. Může se také stát, že v ráně zůstanou stěpy, při takové situaci ránu očistíme, přiložíme sterilní obvaz a vyhledáme lékařskou pomoc.

Popálit se můžeme přímo nebo sáhnutím na horký předmět. Horkým předmětem mohou být kleště, porcelánový kelímek, síťka, kahan apod. Zvláště u porcelánového nádobí si musíme dávat pozor, protože horký porcelánový kelímek vypadá stejně jako studený. Pro první pomoc stačí dát zasažené místo pod studenou vodu na několik minut. Případně vyhledáme lékařskou pomoc. ⁽¹⁾

2.1.3 Laboratorní řád

Viz příloha 2

2.2 Záznamy o práci v laboratoři

2.2.1 Vedení záznamů – laboratorní deník

Od začátku laboratorních cvičení bychom měli dbát na to, aby si studenti uvědomili, že je velice důležité si dělat poznámky během práce, kterou v laboratoři provádí. Častou chybou je, že se mnoho studentů spoléhá na paměť a poznámky si nezaznamenávají, poté nemohou vypracovat správně protokol. Proto je kladen důraz na založení si laboratorního deníku, nejlépe by se mělo jednat o sešit, kde budou veškeré poznámky celistvé. Do laboratorního deníku si zaznamenáváme stechiometrické výpočty reagujících látek, podmínky reakcí, náčrty aparatur a všeobecné poznatky o práci. ^(1,2)

2.2.2 Protokol

Protokol je zpráva o provedené práci a její zhodnocení. Každý protokol by měl obsahovat název práce, úkol, použité pomůcky, použité chemikálie, reakční mechanismus vyjádřený rovnicí, stechiometrické výpočty, náčrty aparatury, pracovní postup doplněný o vlastní poznatky a závěr, ve kterém zhodnotíme skutečný výsledek v gramech, určíme výtěžek v %, objektivně odůvodníme ztráty a případně vysvětlíme chyby, kterých jsme se při práci dopustili.

Podle námi napsaného protokolu, by měl být schopen další člověk v laboratoři provést tu samou práci bez použití návodu. S tímto pohledem bychom měli k psaní protokolu přistupovat. Protokol by tedy měl být stručný a jasný. ^{(1) (2)}

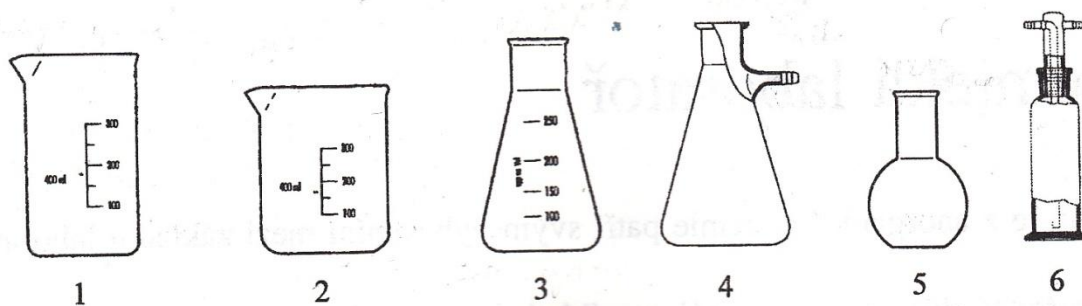
2.3 Laboratorní potřeby

2.3.1 Nádobí skleněné

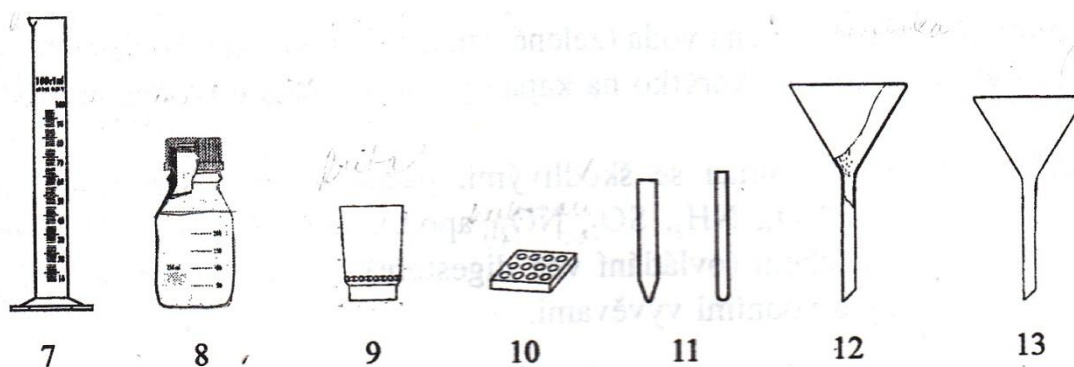
Sklo je nejčastěji používaným materiálem v chemické laboratoři pro jeho vysokou odolnost vůči chemikáliím i vyšším teplotám. Sklo rozdělujeme podle jeho používání a to na normální sklo, křemenné sklo a borsilikátové sklo.

Normální laboratorní sklo není vhodné pro náhlé změny teploty, má však vyšší tepelnou roztažnost. Naopak je tomu u skla křemenného, které je celkově chemicky odolné, ale na druhou stranu má malou tepelnou roztažnost. Borsilikátové sklo lze použít pro náhlé změny teploty. ⁽¹⁾

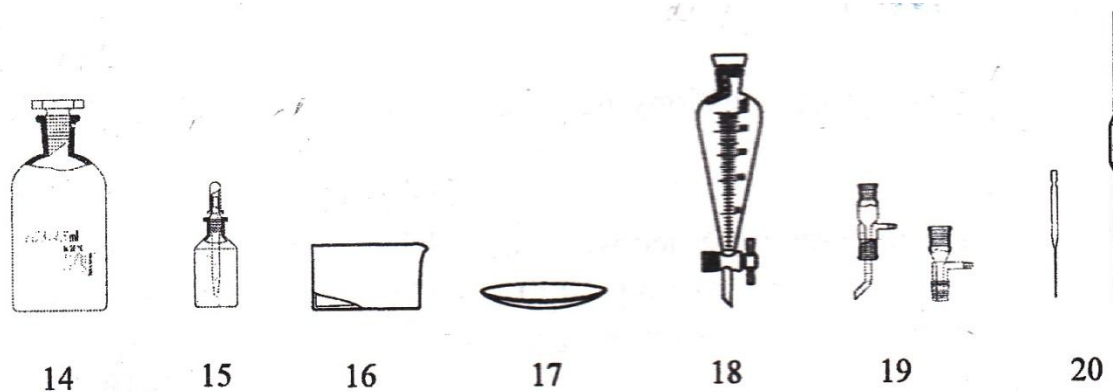
Běžné skleněné nádobí:



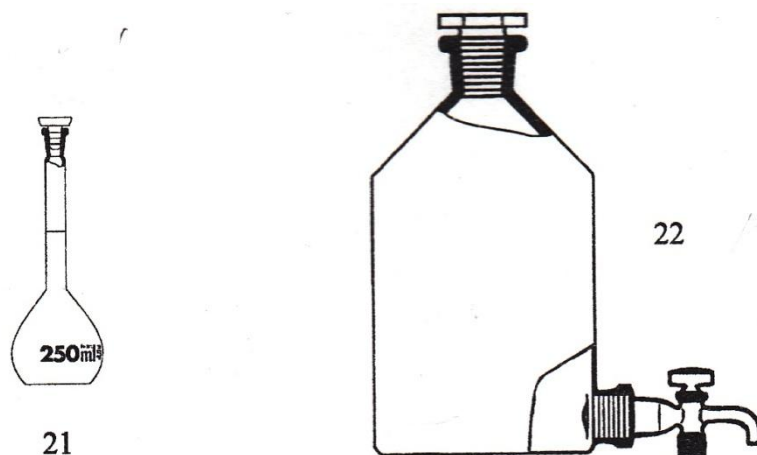
Obrázek 1.: 1 - kádinka vysoká, 2 – kádinka nízká, 3 – Erlenmeyerova baňka, 4 – odsávací baňka, 5 – varná baňka, 6 – promývačka ⁽¹⁾



Obrázek 2.: 7 – odměrný válec, 8 – prachovnice, 9 – frita, 10 – kokovací destička, 11 – zkumavky, 12 – rychlofiltrační nálevka, 13 – nálevka ⁽¹⁾



Obrázek 3.: 14 – reagenční lahev, 15 – kapačka, 16 – krystalizační miska, 17 – hodinové sklo, 18 – dělicí nálevka, 19 – destilační předlohy, 20 – pipety ⁽¹⁾

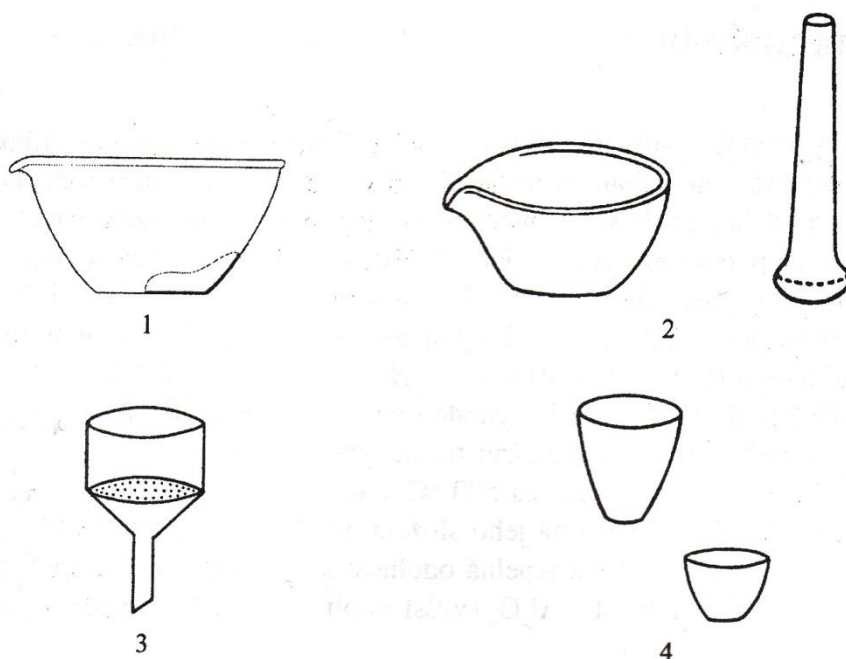


Obrázek 4.: 21 – odměrná baňka, 22 – zásobní lahev ⁽¹⁾

2.3.2 Nádobí porcelánové

Porcelánové nádobí je ve srovnání se skleněným nádobím chemicky, mechanicky i tepelně odolnější, proto je porcelánové nádobí vhodné pro práci při vyšších teplotách a v agresivnějším prostředí, například při tavení, či žhání. ⁽¹⁾

Běžné porcelánové nádobí:

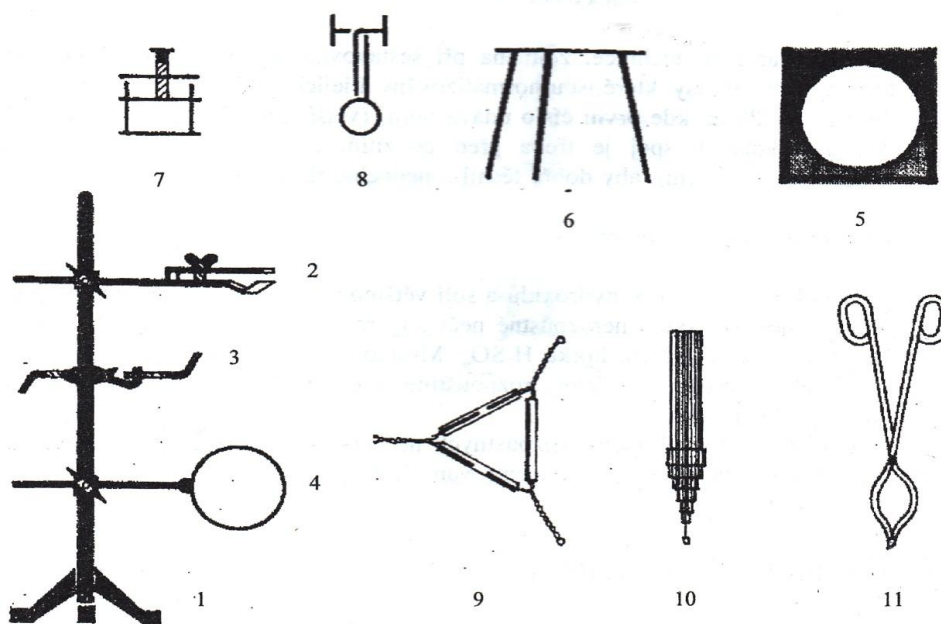


Obrázek 5.: 1 – porcelánová miska, 2 – třecí miska s tloučkem, 3 – Büchnerova nálevka, 4 – porcelánové kelímky ⁽¹⁾

2.3.3 Kovové pomůcky

Kovové pomůcky využíváme pro jejich mechanickou pevnost, nízkou křehkost a dobrou vodivost. Na druhou stranu mají kovové pomůcky jednu nevýhodu a to takovou, že snadno podléhají korozi. Slitiny hliníku jsou však vůči korozi odolnější. Z této slitiny se vyrábějí držáky či křížové svorky. Mezi kovové nádoby patří stojany, kruhy, trojnožky, kleště apod. ⁽¹⁾

Běžné kovové pomůcky:



Obrázek 6.: 1 – stojan, 2 – držák, 3 – svorka, 4 – kruh, 5 – síťka, 6 – trojnožka, 7 – šroubová tlačka, 8 – pérová tlačka, 9 – triangl, 10 – souprava korkovrtů, 11 – kleště ⁽¹⁾

2.3.4 Plastové pomůcky

Plastové pomůcky nahrazují klasické laboratorní materiály, jako sklo, pryž apod. Nejčastějším materiálem pro plastové pomůcky je polyetylen a polypropylen. Dalšími materiály mohou být PVC, polystyren a teflon. Z plastu se vyrábějí stříčky, prachovnice, hadice nebo kádinky. ⁽¹⁾

2.4 Základní laboratorní práce

2.4.1 Vážení

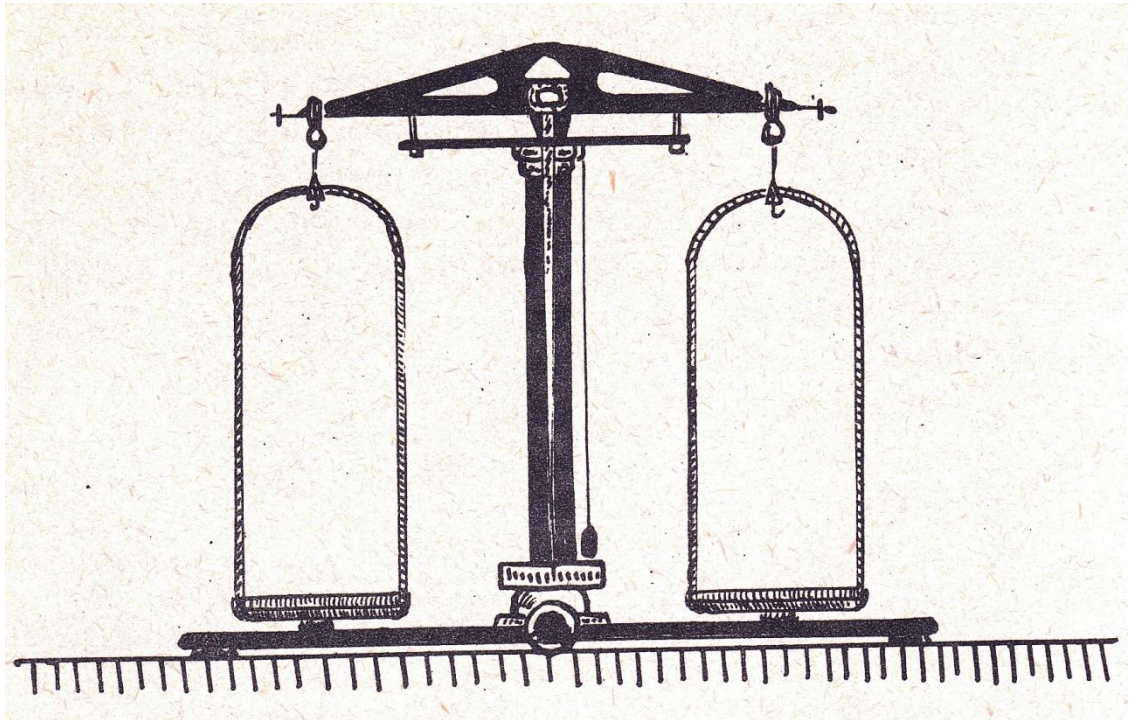
Na začátku si vysvětlíme některé pojmy, které se týkají vážení a vah. Prvním pojmem je citlivost vah, která nám určuje poměr mezi výchylkou ukazatele a malým závažím. Nulová poloha vah nám udává nulovou polohu vahadla u nezatížených vah. Váživost vah nám určuje největší dovolenou hmotnost, kterou můžeme na vahách zvážit.

Principem vážení je to, že srovnáváme hmotnost dvou látek, z nichž jednu nazýváme závažím.

Pro hrubší vážení používáme technické váhy, které mají přesnost vážení $\pm 1-2$ g nebo precizní technické váhy, které mají větší přesnost vážení, a to $\pm 0,1$ g.

Pro přesnější vážení používáme analytické váhy s přesností vážení $\pm 0,0001$ g.

Dodržujeme postup při vážení, před samotným vážením zkontrolujeme nulovou polohu vah. Dále zkontrolujeme, jsou-li váhy na vodorovné podložce, aby nám daly přesnou hmotnost. Při vážení udržujeme čistotu, dbáme na to, abychom nepotřísnilí misky vah váženou látkou. Na levou misku položíme váženou látku a na pravou misku závaží. Závaží vkládáme výhradně pomocí pinzety. Poté opatrně uvolníme tzv. aretaci, aretace je pákové zařízení, které šetří břity a lože vah. Jakoukoliv manipulaci se závažím nebo váženou látkou provádíme při zaaretovaných vahách. Pozorujeme, kam se nám vychýlí jazýček a případně přidáme váženou látku, či ji odebereme. Po ukončení vážení váhy zaaretujeme, závaží vrátíme do krabičky a uklidíme okolí vah. ⁽²⁾⁽⁶⁾



Obrázek 7.: Technické váhy ⁽²⁾

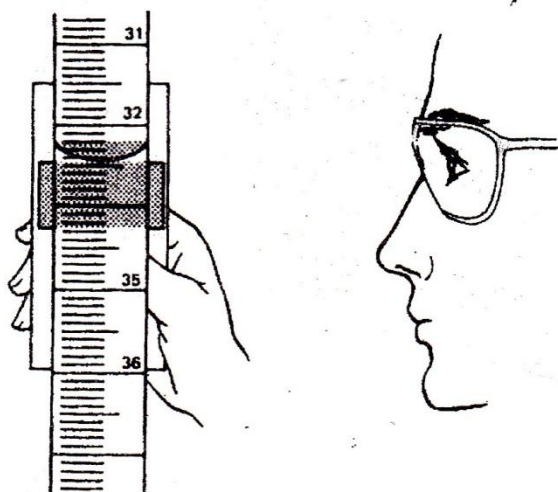


Obrázek 8.: Ukázka správného vážení látek

2.4.2 Měření objemů kapalin

K měření objemů kapalin používáme odměrné nádoby jako je odměrný válec nebo pipety, které dělíme na dělené a nedělené. Dáváme si pozor na dobré odečtení kapaliny ve

válci, či v pipetě. Hodnotu odečítáme vždy ve spodní hranici vzniklé „misky“ (tzv. meniskus kapaliny).⁽¹⁾

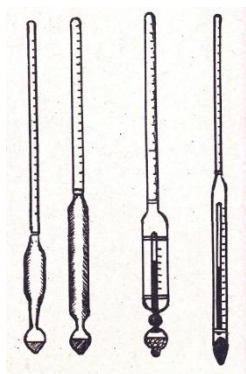


Obrázek 9.: Správné odečtení hladiny kapaliny⁽¹⁾

2.4.3 Stanovení hustoty

Hustota (ρ) je definována jako podíl hmotnosti (m) a objemu (V): $\rho = \frac{m}{V}$ ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$).

Hustota je závislá na tlaku a teplotě, u pevných i kapalných látek bereme v úvahu vliv teploty, tlak je zanedbatelný. Hustotu u pevných látek stanovíme tak, že látku zvážíme a vypočítáme objem (přímým změřením rozměrů u pravidelného tvaru nebo nepřímo z objemu kapaliny, který těleso vytlačí). U kapalin měříme hustotu hustoměrem. Hustoměr je skleněná trubice, spodní část je zatížena rtutí nebo olovem, horní část je zúžena se stupnicí. Pro měření hustoty je dobré mít kapalinu v dostatečně velké nádobě, nejlépe v odměrném válci. Hustoměr ponoříme do kapaliny, musí volně plavat, pokud neplave, musíme zvolit jiný hustoměr.⁽²⁾



Obrázek 10.: Hustoměry⁽²⁾

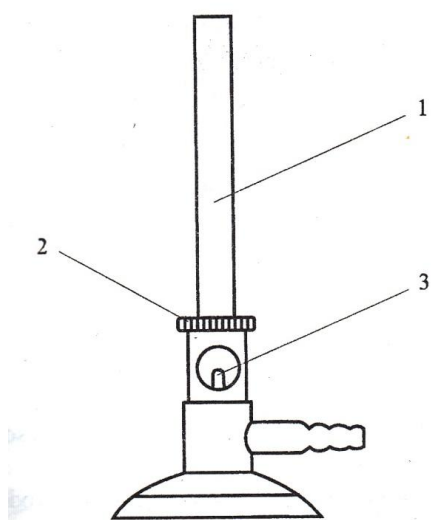
2.4.4 Měření pH

K určení přibližné hodnoty pH používáme roztok indikátorů nebo indikátorové papírky. Jako roztok indikátorů jsou vhodné methylooranž, bromthymolová modř, methylčerven, fenolftalein apod. Použití indikátorových papírků je nejobvyklejší způsob určení pH. Slouží nám k rychlému orientačnímu zjištění pH. ⁽²⁾

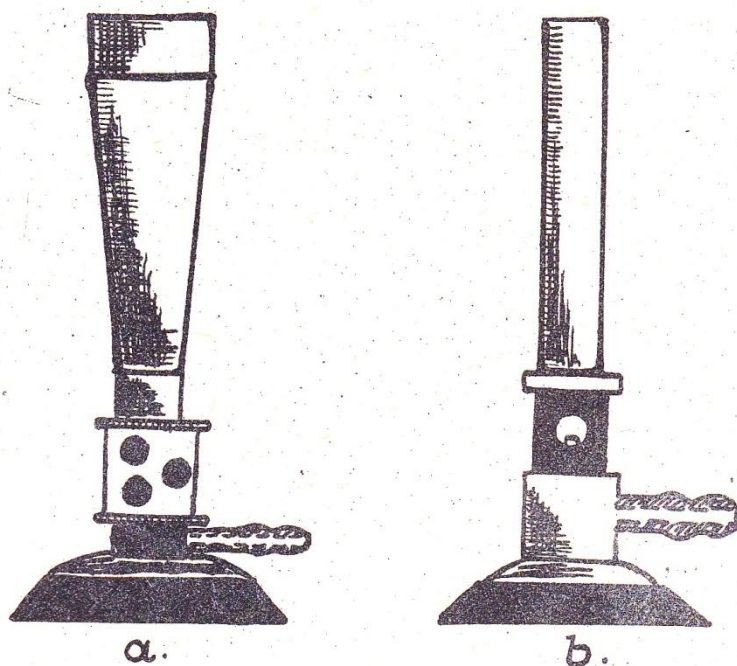
2.4.5 Zahřívání

Zahřívání je jedna ze základních laboratorních technik, protože zahříváním lze urychlit většinu chemických reakcí. Plynové kahaný jsou nejčastějším užívaným zdrojem tepla v laboratoři. Kahaný lze snadno ovládat, můžeme regulovat i množství spalovaného plynu tím, že přivíráme kohout, tím i přístup kyslíku a to vše reguluje teplotu plamene.

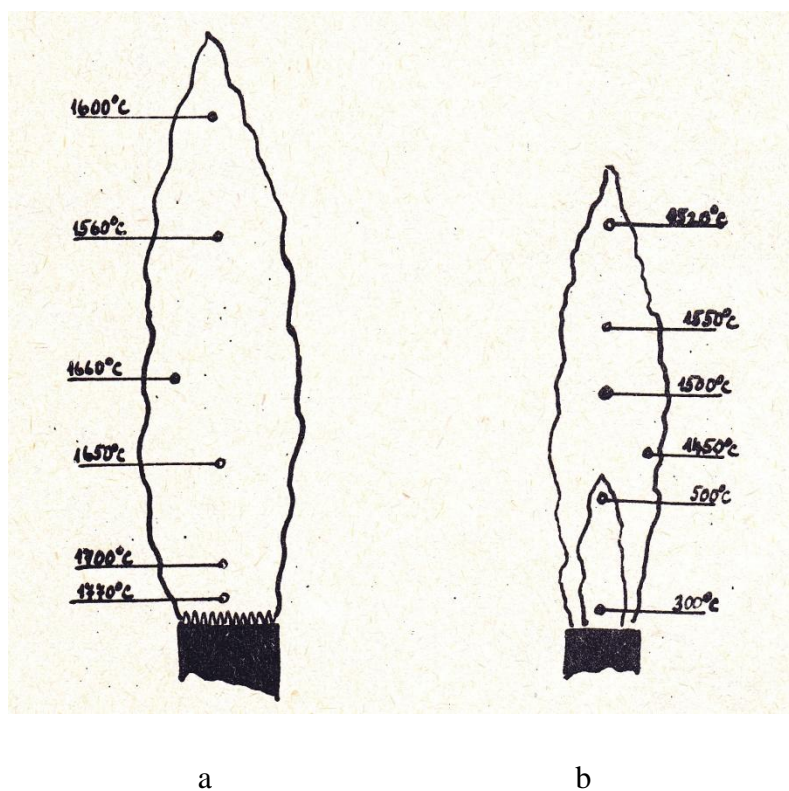
V laboratoři používáme různé druhy plynových kahanů. Tím nejstarším a dodnes používaným je Bunsenův kahan. Ostatní typy kahanů vznikly úpravou Bunsenova kahanu. Bunsenův kahan se skládá ze směšovací trubice, clonky a plynové trysky. Kahan zapalujeme při téměř uzavřeném přívodu vzduchu, pak až regulujeme plamen otevřením přívodu vzduchu (kyslíku). Pozorujeme dvě části plamene, u ústí kahanu hoří plamen modrou barvou, je zde nižší teplota, tj. redukční část plamene. Druhá část plamene hoří jasně oranžovou barvou, je zde vyšší teplota, tj. oxidační část plamene. Oxidační část plamene je výhodnější pro zahřívání. Druhým typem kahanu je Meckerův kahan, který má vyšší tepelný výkon než Bunsenův. Je vhodný pro žhání a tavení. Od Bunsenova kahanu se liší tím, že jeho směšovací trubice je širší, nahoře je ukončená mřížkou, která rozděluje vnitřní kužel plamene na mnoho drobných kuželů, což umožní zahřívání větší plochy. ^{(1) (2)}



Obrázek 11.: 1 – směšovací trubice, 2 – clona, 3 – plynová tryska ⁽¹⁾



Obrázek 12.: a – Meckerův kahan, b – Bunsenův kahan ⁽²⁾



Rozdělení teploty plamene:

Obrázek 13.: a – u Meckerova kahanu, b – u Bunsenova kahanu ⁽²⁾

2.4.6 Chlazení

Nejčastějším prostředkem pro chlazení je vodovodní voda, přičemž látku obvykle chladíme ve vhodné nádobě pod tekoucí vodou. Dalším prostředkem je led, vhodný pro teploty do 0°C. Pro ochlazení látky pod 0°C se používají chladicí směsi tvořené směsí ledu s různými elektrolyty, které způsobí snížení teploty tání ledu. ⁽¹⁾

2.4.7 Dělení směsí

Pod pojmem směs si představíme soustavu dvou nebo více složek (látek). Podle skupenství dělíme směsi na pevné, kapalné nebo plynné. Dále směsi dělíme podle jejich fyzikálních a chemických vlastností, pokud jsou stejné u všech složek směsi, jedná se o směs homogenní, pokud jsou vlastnosti složek různé, jedná se o směs heterogenní.

Dělení směsí patří mezi základní laboratorní operace. ⁽¹⁾

Tabulka 3.: metody dělení směsí:

| <i>Fyzikální metody</i> | <i>Fyzikálně chemické metody</i> | <i>Chemické metody</i> |
|---|--|---|
| <i>1. Mechanické</i> - <i>filtrace</i> - <i>dekantace</i> - <i>odstřeďování</i> | <i>1. Různá rozpustnost složek</i> - <i>krystalizace</i> - <i>extrakce</i> | <i>1. Srážení</i> <i>2. Převedení složky do plynné fáze</i> <i>3. Chromatografie na iontoměničích</i> |
| <i>2. Tepelné</i> - <i>odpařování</i> - <i>sušení</i> - <i>sublimace</i> - <i>destilace</i> | <i>2. Chromatografie</i> - <i>kapalinová</i> - <i>plynová</i> <i>3. Elektrochemické</i> | |

⁽¹⁾

2.4.7.1 Filtrace

Filtrace je způsob dělení dvou fází pomocí propustného materiálu, který povolí průchod jen jedné fázi. Nejčastěji oddělujeme pevnou fázi od kapalné. Správnost a účinnost filtrace je závislá na řadě faktorů, např. filtrační tlak, vhodný filtrační materiál apod..

Nejběžnějším filtračním materiálem je filtrační papír. Nejčastěji se vyrábí filtrační papír třech typů, se širšími póry, se středními póry a velmi husté filtry. Typ filtračního papíru zvolíme dle velikosti částic sraženiny látky, kterou budeme filtrovat. Dalším filtračním materiálem jsou frity. I frity se vyrábějí s různými velikostmi pórů.

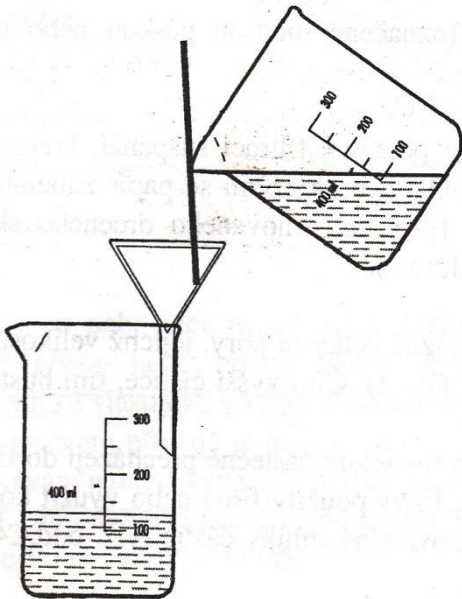
Filtraci dělíme na filtraci za obvyčejného tlaku, na filtraci za sníženého tlaku (odsávání) a na filtraci za zvýšeného tlaku. V laboratoři používáme obvykle první dva typy. ⁽¹⁾

2.4.7.1.1 Filtrace za obvyčejného tlaku

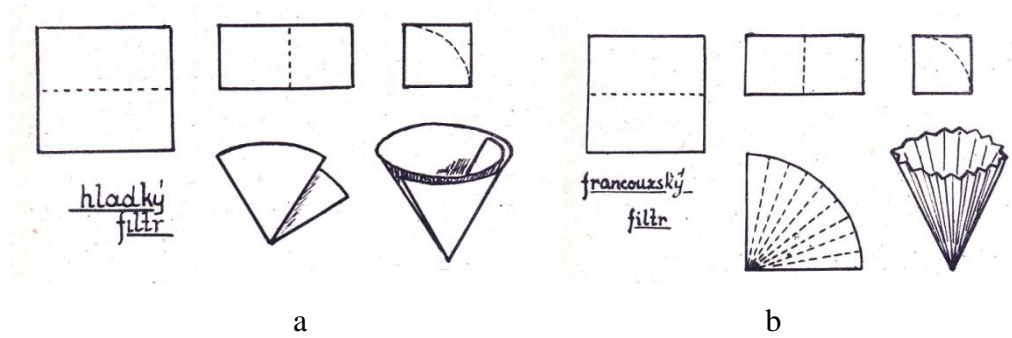
Průchod kapaliny filtrem je způsoben tlakem, který vyvíjí sama filtrovaná směs.

Pro tuto filtraci použijeme nálevku, filtrační materiál a nádobu na zachycení filtrátu. Můžeme použít hotový kruhový filtr nebo si ho můžeme sami složit tak, že vystříháme čtverec, přeložíme ho na čtvrtiny a zastříháme do oblouku. Takto složený filtr vložíme do nálevky, dosahuje asi 0,5 cm od okraje nálevky, poskládaný filtrační papír nesmí přesahovat přes okraj nálevky, protože by se mohlo stát, že přelijeme filtrovanou látku a následně by došlo k nechtěným ztrátám, viz obrázek 16. Před vlastní filtrací smočíme filtrační papír rozpouštědlem, aby přilehl celým svým objemem ke stěně nálevky. Můžeme použít i filtrační papír skládaný tzv. francouzským skládaným stylem. Ten se skládá tak, že vezmeme opět kruhový filtr přeložený na polovinu, skládáme ho postupně na jednu a pak na druhou stranu. Tímto typem skládání zvětšíme filtrační plochu.

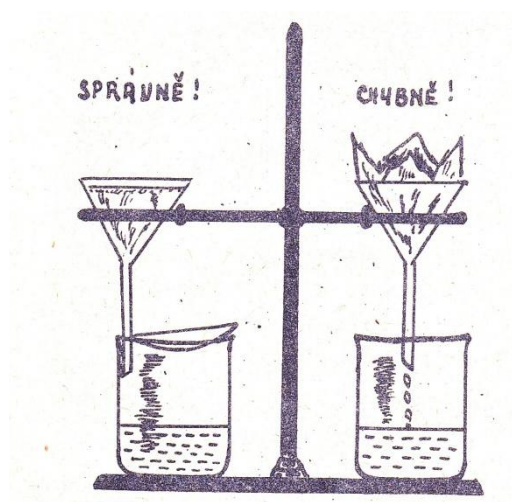
Směs, kterou filtrujeme, pomalu lijeme po tyčince do nálevky do výšky asi 1 cm pod okraj filtračního papíru. Další podíl směsi přidáváme ještě než odteče všechna kapalina. Splachování zbytků pevné látky a promývání sraženiny provádíme stříčkou. ⁽¹⁾



Obrázek 14.: Filtrace za normálního tlaku ⁽¹⁾



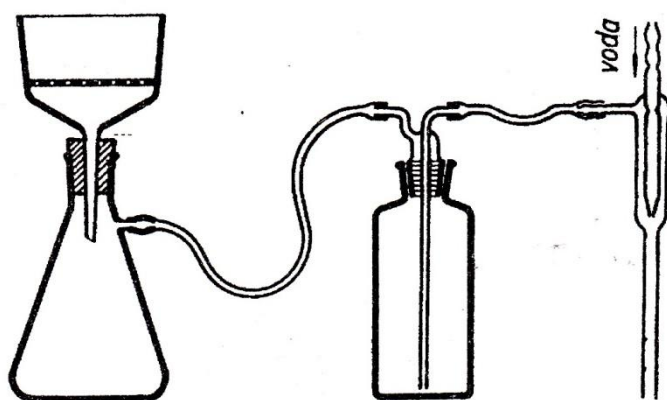
Obrázek 15.: Skládání filtru a – hladký filtr, b – francouzský skládaný filtr ⁽²⁾



Obrázek 16.: Uspořádání filtrace ⁽²⁾

2.4.7.1.2 Filtrace za sníženého tlaku (odsávání)

Rychlost filtrace zvýšíme tím, že snížíme tlak na straně odtoku. Tato forma filtrace je vhodná při krystalizaci nebo při srážení. Pro tuto filtraci použijeme nálevku s vlastním filtrem, nádobu na jímání filtrátu (odsávací baňka) a olejovou vývěvu. Mezi odsávací baňku a olejovou vývěvu se připojuje pojistná nádoba, která zabrání proniknutí oleje do filtrátu. Nálevka může být buď porcelánová (Büchnerova nálevka) nebo skleněná opatřená fritou. Nálevka je k odsávací baňce připojena pomocí pryžové zátky. Při použití Büchnerovy nálevky musíme použít filtrační papír, kterým pokryjeme dírkované dno nálevky tak, aby nepřesahoval rozměr dna. ⁽¹⁾



Obrázek 17.: Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku s použitím vodní vývěvy⁽¹⁾

2.4.7.2 Dekantace

Dekantace je dělení kapalné a pevné fáze sedimentací. Pevnou fází necháme usadit na dně baňky a poté opatrně slijeme kapalnou fází. Poté pevnou látku promýváme, necháme opět usadit pevnou látku a slijeme. Dle potřeby pevnou látku několikrát promyjeme. Dekantace je vhodná pro promývání sraženin s vysokou hustotou. Bývá obvykle zakončena podtlakovou filtrací. Sedimentaci můžeme urychlit použitím odstředivek. ⁽¹⁾

2.4.7.3 Odpařování

Funguje na principu odstraňování těkavého rozpouštědla od netěkavé látky. Odpařování můžeme urychlit zvýšením teploty a zvětšením odpařovací plochy.

Rozlišujeme dva typy odpařování a to za normální teploty a za zvýšené teploty. Při odpařování za normální teploty soustavu ponecháme v nádobě s co největší plochou a necháme volně odpařovat. Tato metoda je nejjednodušší formou odpařování.

Při odpařování za zvýšené teploty používáme nejčastěji odpařovací misku na vodní lázni. Tahle metoda je mnohem rychlejší než ta za normální teploty. ⁽²⁾

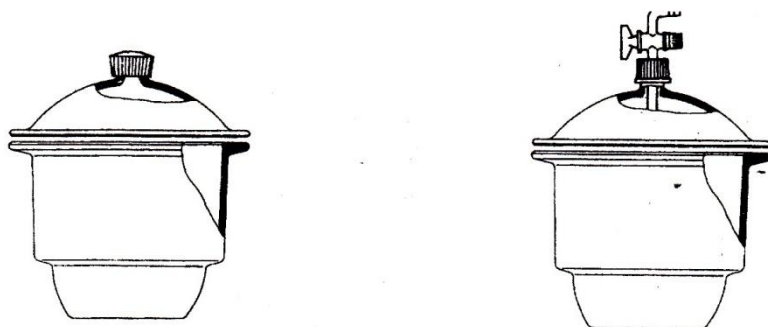
2.4.7.4 Sušení

Sušení je proces, při kterém odstraňujeme z našeho vzorku nežádoucí kapalinu či páru. V laboratoři se setkáváme především s odstraňováním vody a vodních par.

Pevné látky, pokud nejsou hygroskopické a na vzduchu jsou stálé, můžeme sušit na hodinovém skle nebo filtračním papíru.

Pro sušení za zvýšené teploty používáme sušárnu. Obvyklá teplota v sušárně je 105 až 110°C. Další způsob sušení za zvýšené teploty je tzv. vzdušná lázeň, kdy zahřívání látky zmírníme tím, že nad kahan dáme dvě síťky oddělené vzduchovou mezerou. Pozor na těkavé látky, nebo látky, které jsou za zvýšené teploty nestabilní, ty nesmíme sušit za zvýšené teploty.

Pro sušení můžeme použít i exsikátor, který zamezí přístup vzdušné vlhkosti. Zároveň bývá v exsikátoru náplň, která pohlcuje vzdušnou vlhkost a tím posouvá rovnováhu mezi vlhkostí v sušené látce a jejími parami ve prospěch plynné fáze. Sušení v exsikátoru je oproti ostatním metodám zdlouhavé.



Obrázek 18.: Exsikátor ⁽¹⁾

2.4.7.5 Krystalizace

Krystalizace je postupné vylučování pevné fáze ve formě krystalů z roztoků nebo tavenin. V anorganické a organické chemii je to jedna z nejpoužívanějších metod vyloučení látky z roztoku.

Pod pojmem krystalizace látky z roztoku si představíme její rozpuštění ve vhodném rozpouštědle, následně její filtraci a opětné vyloučení látky z roztoku, ale již v krystalické formě. Nečistoty, které jsou v původním vzorku látky, zůstanou v roztoku, tzv. matečném louhu.

Látku můžeme v rozpouštědle rozpouštět jen do jisté míry, po určité době rozpouštění je roztok tzv. nasycený, což znamená, že již není možné rozpustit více látky v tomto roztoku. Rozpustnost látky je závislá na rozpouštědle, teplotě a chemické struktuře látky. Rozpustnost látky udáváme v gramech na 100 gramů rozpouštědla. Aby látka mohla krystalizovat, musí být roztok přesycený.

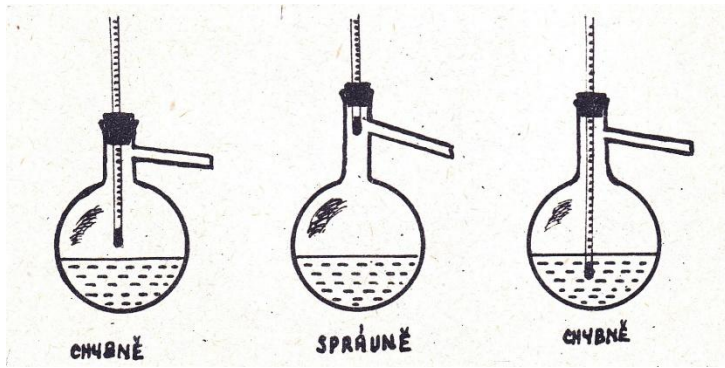
Máme více typů krystalizace, v laboratoři se setkáváme s volnou krystalizací a s rušenou krystalizací. Při volné krystalizaci necháme rozpouštědlo volně se odpařovat při laboratorní teplotě. Při rušené krystalizaci nejdříve roztok s rozpouštědlem zahřejeme a pak jej ochladíme na laboratorní teplotu.

U některých látek je problém, protože jejich vyloučení krystalů je obtížné. My tomu můžeme napomoci tzv. naočkováním, kdy do přesyceného roztoku přidáme malé množství příslušné krystalické látky, dále mícháním roztoku, či opakovaným zahříváním a chlazením roztoku. ⁽¹⁾

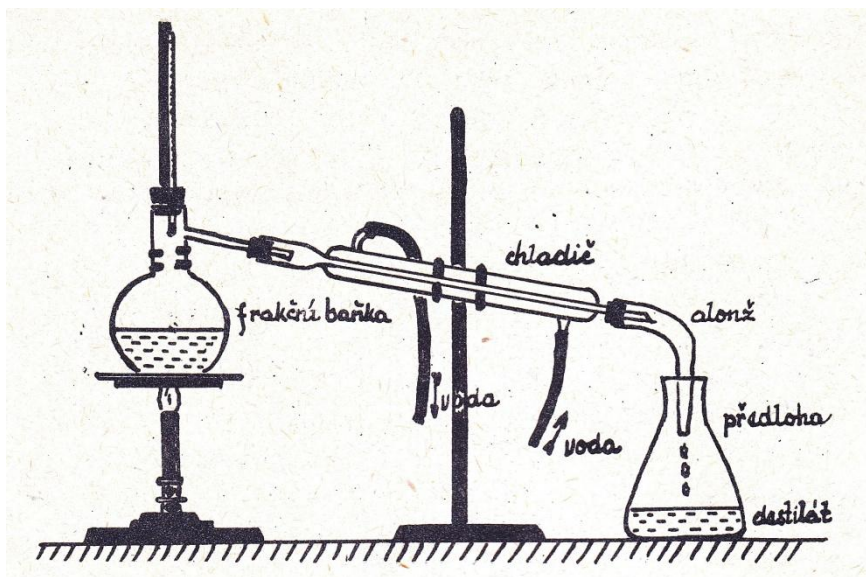
2.4.7.6 Destilace

Pod pojmem destilace si představíme přeměnu kapaliny v páru a po následném ochlazení v chladiči pára z kondenzuje a přemění se opět kapalinu. Destilace se používá pro oddělení dvou kapalin dle rozdílu jejich bodu varu, či k oddělení rozpouštědla od roztoku.

Destilační aparaturu skládáme z tří hlavních částí, první část je varná nádoba, na kterou je napojena druhá část – chladič, třetí částí je jímadlo, kam stéká z kondenzovaná kapalina. Nejčastěji využíváme jako varnou nádobku frakční baňku. Do frakční baňky vždy vložíme varný kamínek pro odhalení utajeného varu. Frakční baňku uzavíráme zátkou, korkovou nebo gumovou. Zátka je navrtaná, abychom do ní mohli vložit teploměr a mohli tak kontrolovat teplotu destilace. Teploměr do baňky vložíme tak, abychom měřili teplotu par. Teploměr proto neupevňujeme až do kapaliny, kterou destilujeme ani těsně nad ni. Naopak teploměr vložíme tak, aby jeho konec byl těsně pod zátkou a u ústí frakční baňky do chladiče.

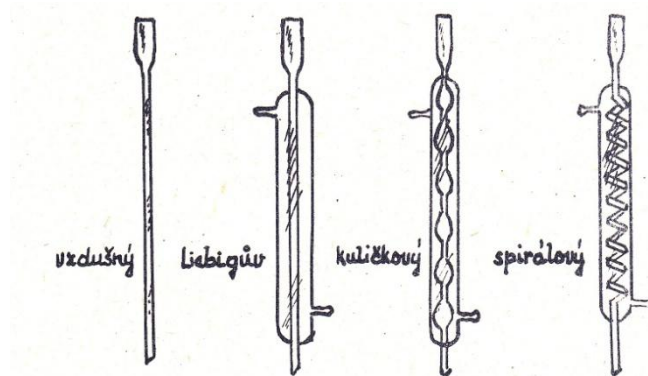


Obrázek 19.: Správné a špatné uchycení teploměru při destilace ⁽²⁾



Obrázek 20.: Destilační aparatura, destilace za normálního tlaku s využitím Liebigova chladiče ⁽²⁾

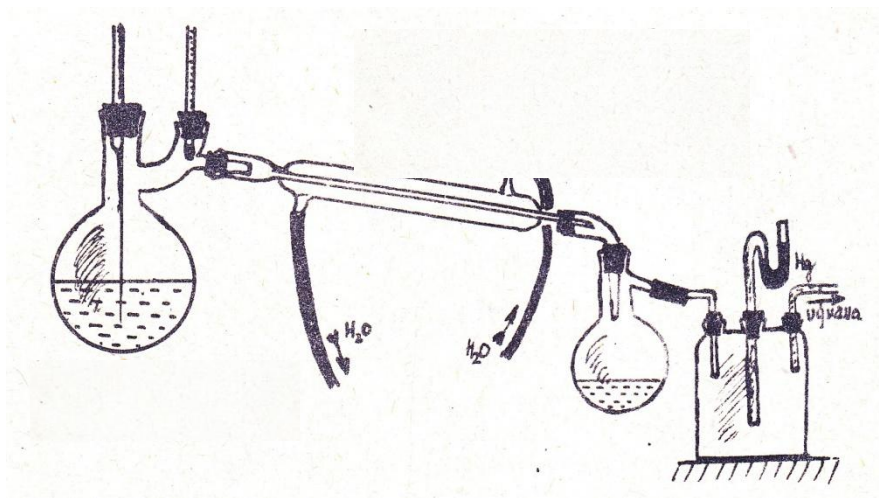
Pro destilaci nejčastěji využíváme kuličkový a Liebigův chladič. Známe i další chladiče, např. vzdušný či spirálový. Vzdušný chladič je nejjednodušší zařízení pro kondenzaci. U Liebigova chladiče je kondenzační trubice vsunuta do skleněného obalu. Skleněným obalem protéká voda a ochlazuje tak páru, která pak kondenzuje zpět na kapalinu. Obdobou Liebigova chladiče jsou chladiče spirálové a kuličkové. Jejich struktura byla navrhnutá kvůli nedostatečné délce kondenzační trubice Liebigova chladiče.



Obrázek 21.: Různé druhy chladičů ⁽²⁾

K jímání destilátu můžeme použít jakékoliv nádoby – kádinky, baňky apod. Tuto nádobku však nenapojujeme přímo na chladič. Využijeme alonž, která nám zabrání k nežádoucímu vystřikování kapaliny.

U látek, které se při běžné destilaci rozkládají, používáme destilaci za sníženého tlaku. Tato destilace se při cvičení z anorganické chemie příliš nevyužívá. ⁽¹⁾ ⁽²⁾



Obrázek 22.: Aparatura pro destilaci za sníženého tlaku ⁽²⁾

3 Praktická část

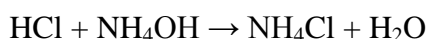
V praktické části jsou uvedeny návody pro vybraných jedenáct prací pro laboratorní cvičení z anorganické chemie.

3.1 Neutralizace

Neutralizací neboli smísením zásad a kyselin lze připravit celou řadu ve vodě rozpustných solí minerálních kyselin a zásad.

3.1.1 Příprava 10 g chloridu amonného, NH_4Cl

Hydroxid amonný reaguje s kyselinou chlorovodíkovou za vzniku chloridu amonného a vody:



Pomůcky: odměrný válec, kahan, síťka, trojnožka, kádinky, hustoměr, pH papírky, porcelánová miska, skleněná tyčinka, lžička.

Chemikálie: HCl  ⁽⁷⁾, NH_4OH    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁷⁾, destilovaná voda.

Pracovní postup:

Připravíme stechiometrické množství kyseliny, následně ho zředíme destilovanou vodou asi na 20% roztok. Změříme hustotu roztoku hydroxidu amonného a vypočítáme jeho stechiometrické množství potřebné k neutralizaci. Do jiné kádinky připravíme asi 20% roztok hydroxidu. Poté pomalu přiléváme roztok hydroxidu do kyseliny. Občas vznikající roztok promícháme skleněnou tyčinkou. Po smísení obou roztoků zkontrolujeme pH pomocí pH papírku, zda je neutrální. Pokud pH neutrální není, roztok upravíme buď přilitím malého nadbytku kyseliny, když bude roztok zásaditý nebo přidáním hydroxidu, když bude roztok kyselý. Poté dáme připravený neutrální roztok do porcelánové misky a dáme jej na vodní lázeň, kde tento roztok necháme odpařit do sucha. Doba zahuštění roztoku bývá kolem 4 hodin. Následně vzniklé krystaly seškrábeme na hodinové sklo a necháme usušit v sušárně při teplotě 110 °C. Poté je zvážíme, rozdrťme v třecí misce, dáme do prachovnice a vypočítáme výtěžek. ⁽²⁾

Kritické body:

Prvním kritickým bodem je získání neutrálního roztoku. Pokud neutrální nebude, musíme si znovu připravit roztoky hydroxidu a kyseliny a přilévat kyselinu či zásadu do té doby, než bude roztok neutrální.

Druhým kritickým bodem je zahušťování na parní lázni. Do kádinky s vodou dáme varný kamínek. Vodu do kádinky pak přiléváme průběžně, neboť kdybychom nechali většinu vody vyvařit, je velké riziko prasknutí kádinky. Dle času se rozhodneme, zda budeme zahušťovat na prvním cvičení, či až na dalším. Pokud zahušťování odložíme na další laboratorní cvičení, porcelánovou misku přikryjeme hodinovým sklem, dáme ji do skříňky a nezapomeneme pod ni dát papírek s naším jménem a o jakou látku se jedná.



A



B



C



D



E



F



G

A – HCl

B – NH₄OH

C – průběh neutralizace, první měření pH

D – úprava pH na neutrální

E – zahuštění roztoku na vodní lázni

F – chlorid amonný po zahuštění

G – vysušený chlorid amonný

Potřebný čas na tuto práci je kolem čtyř hodin zahuštění, další hodinu trvá sušení krystalů.

Celkový potřebný čas je tedy kolem šesti hodin i s přípravou a stechiometrickými výpočty.

3.2 Rušená krystalizace

3.2.1 Přečištění 15 g dichromanu draselného, K₂Cr₂O₇

Vzhledem k tomu, že se jedná pouze o přečištění, nedochází k žádné reakci, dichroman draselný pouze rozpustíme ve vodě, zfiltrujeme a necháme odstát.

Pomůcky: kádinky, lžička, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, kahan, síťka, trojnožka, skleněná tyčinka.

Chemikálie: K₂Cr₂O₇    (4)(8)(5)

Pracovní postup:

Vypočítáme si potřebné množství vody k přípravě nasyceného roztoku dichromanu a to z tabelovaných hodnot rozpustností, při laboratorní teplotě. Poté vypočítané množství vody zahřejeme asi na 60°C a rozpustíme v ní 15 g dichromanu draselného. Vzniklý roztok zfiltrujeme za horka na Büchnerově nálevce, kterou si předem ohřejeme v sušárně. Filtrát ponecháme v klidu do vyloučení prvních krystalů, poté roztok s krystaly ochladíme a opět zfiltrujeme. Krystaly následně necháme usušit v sušárně, zvážíme je, rozdrtíme v třecí misce a dáme do prachovnice. Vypočítáme teoretický výtěžek pomocí rozpustností a porovnáme jej s výtěžkem skutečným. ⁽¹⁾

Kritické body:

Prvním kritickým bodem je výpočet množství potřebné vody. K výpočtu potřebujeme znát hodnotu rozpustnosti $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ při 60°C , kterou zjistíme z tabulky rozpustnosti (viz příloha). Poté použijeme obyčejnou trojčlenku, kdy v prvním řádku bude hodnota rozpustnosti $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ na 100 g vody a v druhém řádku budeme mít 15 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a neznámé množství vody, užijeme přímou úměru. Vypočítané množství v gramech poté převedeme na ml, počítám s tím, že hustota vody je $1\text{g}/\text{cm}^3$.

Druhým kritickým bodem je filtrace za horka, nesmíme zapomenout dát ohřát Büchnerovu nálevku do sušárny, kdybychom ji nezahřáli, mohlo by se stát, že by se začaly tvořit krystaly už při filtraci a ucpala by se nám nálevka, což by bylo nežádoucí.

Poslední kritický bod bude vypočítání teoretického výtěžku $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, k výpočtu opět potřebujeme hodnoty rozpustnosti $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ při 20°C a při 60°C (viz příloha). Tyto hodnoty od sebe odečteme, podělíme je hodnotou při 60°C a celé vynásobíme 100. Výsledek je teoretický výtěžek udaný v %, teoretickou hmotnost spočítáme tak, že 15 g vynásobíme vzniklými procenty/100. Skutečný výtěžek vypočítáme tak, že hmotnost vzniklých krystalů vydělíme teoretickým hmotnostním výtěžkem a vynásobíme 100. Výsledek bude v %.



A



B



C



D



E

A - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

B – rozpouštění $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

C – filtrace na Büchnerově nálevce

D – vytvořené krystaly

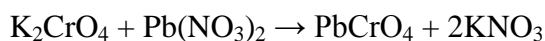
E – filtrace

Celková doba této práce se pohybuje kolem dvou hodin. Nejdéle trvá vyloučení krystalů. Tato práce není náročná, naučí nás pracovat kvantitativně.





3.3 Srážení

3.3.1 Příprava 20 g chromanu olovnatého, PbCrO_4

Pro přípravu chromanu olovnatého použijeme chroman draselný a dusičnan olovnatý, tyto dvě látky spolu reagují za vzniku chromanu olovnatého a dusičnanu draselného:



Pomůcky: technické váhy, kádinky, nálevka, stojan, filtrační papír, hodinové sklo, lžička, kruh, svorka, tyčinka

Chemikálie: K_2CrO_4   ⁽⁴⁾⁽⁸⁾, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$   ⁽⁵⁾⁽⁴⁾, destilovaná voda

Pracovní postup:

Vypočítáme si potřebné množství výchozích látek dle stechiometrie. Dále si připravíme roztoky těchto látek. Látky řádně rozpustíme. Následně oba roztoky zfiltrujeme, abychom se zbavili případných nečistot. Poté pomalu přiléváme jeden roztok do druhého a stále roztok mícháme. Vzniká nám sraženina, tu několikrát dekantujeme a promyjeme destilovanou vodou na filtru. Po promytí sraženiny PbCrO_4 nesmí filtrát vykazovat kyselou reakci, což zjistíme lakmusovým papírkem. Zfiltrovanou sraženinu necháme sušit v sušárně, krystaly rozdrtíme v třecí misce, dáme do předem zvážené prachovnice, zvážíme prachovnici s chromanem olovnatým a vypočítáme výtěžek.

Cílem této práce je pracovat kvantitativně, snažíme se tedy zabránit ztrátám. Tomu můžeme zabránit tak, že zbylé krystalky sraženiny, kterou zůstaly na stěnách kádinky, smyjeme stříčkou a následně tento roztok vlijeme na filtr se sraženinou. Tento proces provádíme tak dlouhou, dokud kádinka nebude čistá. ⁽²⁾

Kritické body:

První kritický bod se skrývá ve filtraci, dáváme pozor, aby nedošlo ke ztrátám. Proto máme po ruce stříčku s destilovanou vodou, abychom ji mohli použít ke smytí stěn kádinky a sraženinu tak převedli kvantitativně na filtrační papír.

Druhým kritickým bodem je samotné promývání na filtru. Vzniklou sraženinu promýváme velice důkladně, abychom odstranili nečistoty a případnou kyselou reakci.



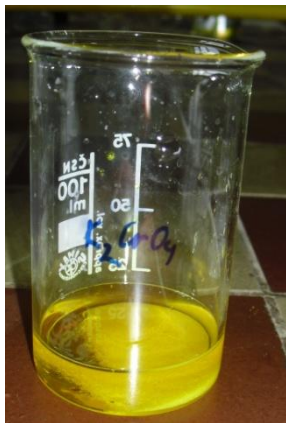
A



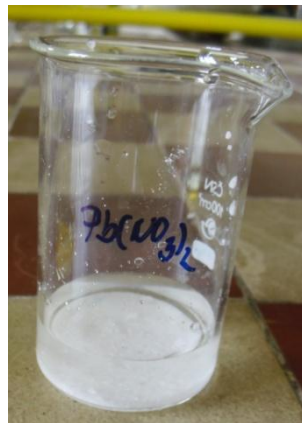
B



C



D



E



F



G



H



I

A - $Pb(NO_3)_2$

B - K_2CrO_4

C - PbCrO₄

D – rozpouštění chromanu draselného

E – rozpouštění dusičnanu olovnatého

F – filtrace dusičnanu olovnatého

G – filtrace chromanu draselného

H – srážení na chroman olovnatý

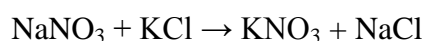
I – filtrace chromanu olovnatého

Celková doba přípravy se pohybuje mezi dvěma a třemi hodinami.

3.4 Konverze

3.4.1 Příprava 20 g dusičnanu draselného, KNO₃

Pro přípravu dusičnanu draselného použijeme dusičnan sodný a chlorid draselný, v roztoku za varu reagují takto:



Pomůcky: kádinky, váhy, kahan, trojnožka, síťka, tyčinka, odpařovací miska, hodinové sklo, lžička, kruh, svorky

Chemikálie: NaNO₃   ⁽⁹⁾⁽⁵⁾, KCl

Postup práce:

Připravíme si roztok dusičnanu sodného a odvážíme množství chloridu draselného, vše podle stechiometrie. Připravený roztok dusičnanu přivedeme k varu a po částech do něj přisypáváme chlorid draselný. Roztok obou solí pak vaříme cca třicet minut. Pomalu se vylučují krystaly chloridu sodného. Roztok poté zfiltrujeme za horka. Na filtru se zachytí krystaly chloridu sodného a ve filtrátu nám zůstane dusičnan draselný. Filtrát poté přelijeme do odpařovací misky a necháme jej zahustit na vodní lázni. Doba zahuštění je různá. Po zahuštění filtrát obsahující dusičnan draselný zchladíme, promyjeme jej nejmenším množstvím destilované vody. Vzniklé krystalky poté necháme dosušit v sušárně. Krystaly rozdrtíme v třecí misce, dáme je do předem zvážené prachovnice a prachovnici posléze zvážíme a vypočítáme výtěžek. ⁽²⁾

Kritické body:

První kritický bod nastává při přidávání chloridu draselného do roztoku dusičnanu sodného. Přidáváme jej opatrně, po částech, přičemž roztok neustále vaří. Dáváme proto pozor na případné popálení od vystřikující kapaliny.

Druhý kritický bod se skrývá ve filtraci za horka. Předem si ohřejeme destilovanou vodu k varu v kádince, do níž budeme filtrovat. Vodní pára unikající z kádinky nám pak bude udržovat filtrační nálevku horkou. Nálevku si také předem ohřejeme a to tak, že ji na chvíli vložíme do sušárny. Poté teprve filtrujeme.



A



B



C



D



E



E

A – dusičnan sodný

B – chlorid draselný

C - roztok dusičnanu sodného s chloridem draselným

D - zahuštění filtrátu dusičnanu draselného

E - filtrát dusičnanu draselného po zahuštění a po zchlazení

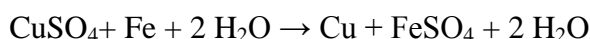
F - dusičnan draselný po usušení

Doba potřebná na práci se pohybuje kolem pěti až šesti hodin.

3.5 Cementace

3.5.1 Příprava 10 g mědi, Cu

Práškovou měď můžeme získat díky jejímu pozitivnějšímu normálnímu potenciálu vytěšňováním negativnějším normálním potenciálem, jinými slovy méně ušlechtilý kov vytěšní ušlechtilější kov z jeho soli. Kovy jsou rozdělené na ušlechtilé a neušlechtilé dle řady napětí kovů. Ty kovy, které najdeme nalevo od vodíku, jsou neušlechtilé a naopak ty, co se nachází napravo, řadíme mezi kovy ušlechtilé. Pro přípravu mědi je proto vhodné například železo (dále také zinek, hliník atp.). Jako sůl použijeme modrou skalici (pentahydrát síranu měďnatého). Po vytěšnění mědi z její soli nám vznikne prášková měď a zelená skalice (heptahydrát síranu železnatého):



Pomůcky: kádinky, váhy, skleněná tyčinka, lžička, kahan, trojnožka, síťka, nálevka, stojan, hodinové sklo, kruh, svorky

Chemikálie: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$   ⁽⁹⁾⁽⁸⁾, Fe, H_2SO_4  ⁽⁷⁾, destilovaná voda

Postup práce:

Po vypočítání množství modré skalice a železa si připravíme nasycený roztok modré skalice a to za horka. Následně tento roztok za horka zfiltrujeme. Do filtrátu pomalu přidáváme práškové železo a roztokem důsledně mícháme. Pomalu se začne vylučovat prášková měď. Barva roztoku se změní a to na zelenou, což je důkazem toho, že vzniká zelená skalice. Následně roztok zfiltrujeme, na filtračním papíře nám zůstane měď, která ovšem bude znečištěná železem. Proto tuto měď vložíme do odpařovací misky a smísíme ji s 5 % roztokem kyseliny sírové, železo se v ní rozpustí. Roztok opět zfiltrujeme a měď několikrát promyjeme vodou. Měď necháme usušit, vložíme ji do předem zvážené prachovnice, zvážíme ji a vypočítáme výtěžek. ⁽²⁾

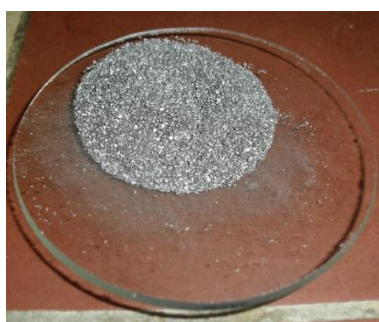
Kritické body:

První kritický bod se nachází v přidávání práškového železa. Roztok poté neustále mícháme. Důkazem konce reakce je změna barvy roztoku z modré na zelenou (vznikem síranu železnatého) a vznik červených částíček vyloučené mědi místo černých částíček práškového železa.

Další kritický bod se skrývá ve znečištění mědi železem, nesmíme zapomenout měď promýt kyselinou sírou a následně ji pořádně promýt destilovanou vodou.



A



B



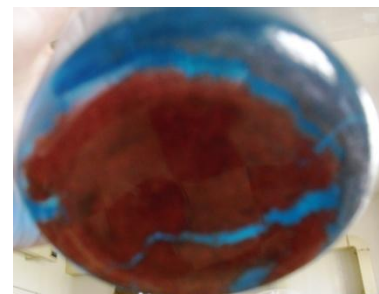
C



D



E



F



G



H



I

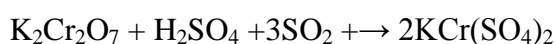
- A – pentahydrát síranu měďnatého
- B – práškové železo
- C – měď
- D – rozpouštění pentahydrátu síranu měďnatého
- E – filtrace pentahydrátu síranu měďnatého
- F – tvoření mědi
- G – zezelenání roztoku, vytvoření heptahydrátu síranu železnatého
- H – filtrace mědi
- I – čištění mědi kyselinou sírovou

Potřebný čas pro tuto práci bude cca tři hodiny.

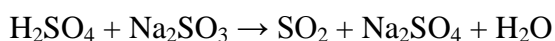
3.6 Příprava kamenců typu $M^I M^{II}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

3.6.1 Příprava 10 g dodekahydrátu síranu draselno-chromitého, $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$









Tento kamelec získáme ze zředěné kyseliny sírové a dichromanu draselného, rovnice probíhá takto:



Oxid siřičitý získáme smísením kyseliny sírové a siřičitanu sodného, tyto látky je vhodné použít ve vysokém nadbytku. Probíhá zde reakce:



Pomůcky: odsávací baňka, kádinky, nálevka, stojan, kruh, svorky, skleněná tyčinka, dělicí nálevka, zátka, krystalizační miska, kahan, síťka, trojnožka, hadička, skleněná trubička

Chemikálie: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁵⁾, H_2SO_4  ⁽⁷⁾, Na_2SO_3  
 ⁽⁷⁾⁽⁴⁾⁽⁹⁾, destilovaná voda, SO_2  ⁽⁴⁾

Popis práce:

Nejdříve si připravíme roztok kyseliny sírové zředěný v poměru 2:1, poté do tohoto roztoku po malých částech přidáváme stechiometrické množství dichromanu draselného. Ohřejeme si destilovanou vodu, do které pak vložíme kádinku s roztokem. Následně si sestavíme jednoduchou aparaturu pro vývoj oxidu siřičitého, tato aparatura se skládá z dělicí nálevky, odsávací baňky, zátky a hadičky. Přičemž do dělicí nálevky nalijeme 20 % kyselinu sírovou a do odsávací baňky nasypeme siřičitan draselný, tuto baňku zazátkujeme zátkou, která má vyvrtaný otvor a vložíme do ní stopku dělicí nálevky. Na odsávací baňku nasadíme hadičku, která vede do kádinky s roztokem kyseliny sírové a dichromanu draselného, kterou máme v krystalizační baňce s teplou vodou o cca 40°C. Celou aparaturu dáme do digestoře. Až budeme mít sestavenou aparaturu, můžeme z dělicí nálevky pomalu přikapávat kyselinu sírovou, která nám zreaguje se siřičitanem sodným a dojde k vyvíjení plynu oxidu siřičitého, to se projeví probubláváním v roztoku dichromanu a kyseliny. Plyn zavádíme tak dlouho, dokud nám roztok nezmění barvu na fialovou. V případě, že zreaguje veškeré množství siřičitanu, přidáme další do odsávací baňky. Po ukončení reakce roztok s krystaly přefiltrujeme. Vzniklé krystaly mají zelenou barvu, která pomalu přechází na barvu fialovou.

(2)

Kritické body:

První kritický bod nastává při sestavení aparatury, musíme dbát na to, aby vše těsnilo a oxid siřičitý nám nikam neunikal.

Druhý kritický bod tkví v tom, že si připravíme malé množství 20 % kyseliny sírové a siřičitanu sodného, to množství musí být několikanásobné, odhadem desetinásobné oproti stechiometrii. Pokud všechen siřičitan zreaguje, opatrně sejmeme zátku s dělicí nálevkou a přisypeme další množství siřičitanu.

Posledním kritickým bodem je netrpělivost při vyvíjení plynu. Oxid siřičitý musíme zavádět tak dlouho, dokud se nezmění barva roztoku z oranžové na fialovou, či tmavě hnědou.



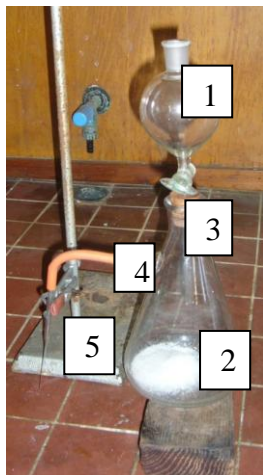
A

A – siřičitan sodný



B

B – dichroman draselný



1 – dělicí nálevka, zde bude kyselina sírová

2 – odsávací baňka se siřičitanem sodným

3 – zátka, kam připojíme dělicí nálevku

4 – hadička napojená na odsávací baňku

5 – skleněná trubička, kterou zavádíme plyn



C

C – zavádění oxidu siřičitého do roztoku



D

D – přisypávání siřičitanu



E

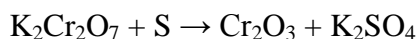
E – změna barvy roztoku

Celková doba přípravy se pohybuje kolem pěti hodin.

3.7 Příprava oxidů chrómu

3.7.1 Příprava 10 g oxidu chromitého, Cr₂O₃

Oxid chromitý se připraví tavením dichromanu draselného se sírou za vzniku oxidu chromitého a síranu draselného. Reakce probíhá takto:



Pomůcky: porcelánový kelímek, stojan, kruh, triangel, kleště, kahan, kádinky, nálevka, lžička, skleněná tyčinka, svorky

Chemikálie: K₂Cr₂O₇    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁵⁾, S, destilovaná voda

Postup práce:

Do porcelánového kelímku dáme navážené množství dichromanu draselného dle stechiometrie. Navážíme síru v nadbytku, kterou přidáme také do porcelánového kelímku. Nadbytek síry nijak neovlivní reakci, protože při tavení nám tento přebytek shoří na oxid siřičitý, protože se jedná o plyn, tak se nejedná o žádnou závadu. Shoření přebytečné síry na oxid siřičitý poznáme tak, že plamen bude hořet modře. Tavení provádíme v digestoři, vzhledem k unikajícímu oxidu siřičitému. Směs v kelímku tavíme. Důkazem rozkladu dichromanu je okem postřehnutelný červený žár. Po ukončení reakce necháme vychladnout reakční směs a posléze ji vyvaříme destilovanou vodou. Vyvařenou směs, která má již zelenou barvu, zfiltrujeme na filtračním papíru. Ve filtrátu je síran draselný a zbytek nezreagovaného chromanu. Oxid chromitý zachycený na filtrátu několikrát promyjeme destilovanou vodou, necháme usušit, dáme jej do předem zvážené prachovnice, zvážíme jej a vypočítáme výtěžek. ⁽²⁾⁽¹⁰⁾

Kritické body:

Jediný kritický bod nastává při tavení, dáváme pozor, abychom se nespálili, protože studený i horký porcelánový kelímek vypadají naprosto stejně. Po tavení kelímek necháme vychladnout a až poté vyvaříme horkou vodou.



A

A – reakční směs dichromanu a síry



B

B – tavení



C

C – shoření přebytku síry



D



E



F



G

D – dotavování

E – zchladlá tavenina

F – vyvařování směsi

G – filtrace

H – oxid chromitý na filtru

I – suchý oxid chromitý



H



I





Celková doba přípravy je cca dvě hodiny.

3.7.2 Příprava 10 g oxidu chromového, CrO₃

Oxid chromový lze připravit jednoduchým rozkladem dichromanu draselného koncentrovanou kyselinou sírovou. Reakce probíhá takto:



Pomůcky: kádinky, skleněná tyčinka, stojan, kruh, svorky, nálevka, hodinové sklo, lžička, odměrný válec, kahan, trojnožka, síťka

Chemikálie: K₂Cr₂O₇    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁵⁾, H₂SO₄  ⁽⁸⁾, destilovaná voda, ethanol



Postup práce:

V kádince rozpustíme za horka stechiometrické množství dichromanu draselného ve vodě v poměru 1:2. Roztok zfiltrujeme, abychom se zbavili případných nečistot. Další práci budeme dělat výhradně v digestoři. Do čistého roztoku pak začneme přidávat po částech čtyřnásobné množství koncentrované kyseliny sírové. Přidávky provedeme například tak, že každých deset až patnáct minut tam přilijeme čtvrtinu objemu kyseliny, až dolijeme poslední část kyseliny sírové, necháme tento roztok odležet, stačí ho nechat v digestoři dvě hodiny. Vznikne nám tmavě růžová sraženina, kterou zfiltrujeme. Filtraci je nutno provádět přes fritu, papír by se působením koncentrované kyseliny rozpadl (také je zde riziko vzplanutí, oxid chromový je velmi účinným oxidačním činidlem). Oxid chromový nám zůstane na filtru, opatrně jej seškrábneme na hodinové sklo a dáme sušit do exsikátoru, můžeme jej tam nechat do příštího laboratorního cvičení. Poté hodinové sklo s oxidem chromovým vyjmeme z exsikátoru, dáme jej rychle do čisté a předem zvážené prachovnice, zvážíme a vypočítáme výtěžek. Po zvážení můžeme provést jednoduchou zkoušku, zda se opravdu jedná o oxid chromový. Do zkumavky dáme malé množství ethanolu a poté přidáme krystalek oxidu chromového. Dojde k explozivní reakci. ⁽²⁾

Kritické body:

První kritický bod nastává při mísení kyseliny s roztokem dichromanu draselného, kyselinu přiléváme po částech. Musíme si uvědomit, že kyselina sírová je koncentrovaná, takže i při malých přídavicích se roztok bude velmi zahřívat. Odstáním roztoku se dosáhneme lepšího vyloučení sraženiny.

Druhým kritickým bodem je pak sušení. Oxid chromový je silně hygroskopická látka, proto jej nemůžeme ponechat na vzduchu, tam by nám z něj zbyla jen červenohnědá kapalina.

I při přenášení z exsikátoru si můžeme povšimnout, že se nepatrně rozpustí. V sušárně nelze sušit, rozkládal by se, hrozí i riziko vzplanutí.

S posledním kritickým bodem se setkáme při zkoušce oxidu chromového s ethanolem. Tuto zkoušku provádíme v digestoři a dbáme na to, abychom nemířili zkumavkou na sebe ani jinou osobu v laboratoři.



A



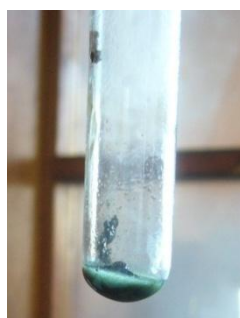
B



C



D



E

A – filtrace roztoku dichromanu draselného

B – barva roztoku po přilítí poloviny objemu kyseliny sírové

C – vytvořená sraženina oxidu chromového

D – sušení oxidu chromového

E – zkouška s ethanolem

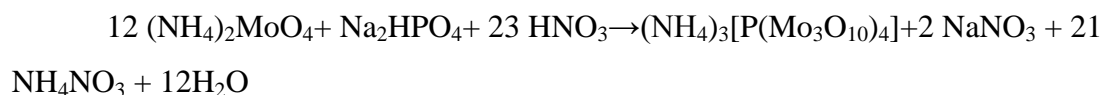
Celková doba přípravy bez sušení v exsikátoru je tři hodiny.

3.8 Příprava komplexních sloučenin




3.8.1 Příprava 15 g hexahydrátu tetrakis(trimolybdato)fosforečnanu amonného, $(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]\cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Hexahydrát tetrakis(trimolybdato)fosforečnanu amonného si připravíme sloučením molybdenanu amonného s hydrogenfosforečnanem sodným v prostředí kyseliny dusičné.

Vyčíslená rovnice vypadá takto:



Pomůcky: váhy, hodinové sklo, kádinky, skleněná tyčinka, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, kahan, trojnožka, síťka, odměrný válec

Chemikálie: $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  ⁽⁴⁾, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  ⁽⁴⁾, HNO_3  ⁽⁵⁾⁽⁸⁾,
destilovaná voda

Postup práce:

Po sestavení rovnice si vypočítáme potřebné množství reagujících látek dle stechiometrie. Následně dodekahydrát hydrogenfosforečnanu sodného rozpustíme v 15 ml destilované vody. Dále si připravíme nasycený roztok molybdenanu amonného. Do připraveného roztoku dodekahydrátu hydrogenfosforečnanu sodného vlijeme 15 ml kyseliny dusičné a následně přiléváme po kapkách molybdenan amonný. Tvoří se kanárkově žlutá sraženina. Sraženinu odsajeme na Büchnerově nálevce. Sraženinu promyjeme 1% roztokem kyseliny dusičné a následně jej promyjeme destilovanou vodou. Poté sraženinu dáme sušit do sušárny. Vysušenou sraženinu dáme do předem zvážené prachovnice, zvážíme a vypočítáme výtěžek.

Při této přípravě nenacházím žádné kritické body.



A



B



C



D



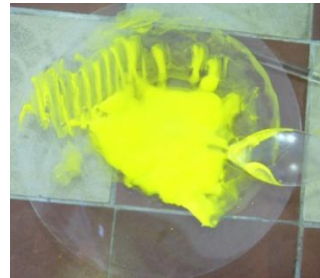
E



F



G



H

A – molybdenan amonný

B – dodekahdrát hydrogenfosforečnan sodný

C – nasycený roztok dodekahdrátu hydrogenfosforečnanu sodného

D, E – přilévání roztoku molybdenanu amonného do roztoku hydrogenfosforečnanu sodného

F – tvoření kanárkově žluté sraženiny

G – odsávání sraženiny na Büchnerově nálevce

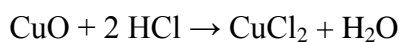
H – odsátá a promytá sraženina komplexu

Doba přípravy je cca tři hodiny.

3.9 Příprava hydrátů

3.9.1 Příprava 10 g dihydrátu chloridu měďnatého, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

K přípravě potřebujeme oxid měďnatý a kyselinu chlorovodíkovou. Reakce probíhá takto:



Pomůcky: kádinky, skleněná tyčinka, lžička, porcelánová miska, stojan, kruh, svorky, nálevka, kahan, trojnožka, síťka

Chemikálie: CuO   ⁽⁸⁾⁽⁹⁾, HCl  ⁽⁷⁾, destilovaná voda

Postup práce:

Veškerou práci provádíme v digestoři. Oxid měďnatý rozpustíme v kyselině chlorovodíkové, kyseliny dáme nadbytek. Roztok zředíme vodou. Poté tento roztok zfiltrujeme, abychom se zbavili nečistot. Následně zfiltrovaný roztok zahustíme na vodní lázni ke krystalizaci. Poté dáme modrozelené krystaly sušit na porézní destičku, či usušíme mezi dvěma filtračními papíry.

Malou část krystalů (po zvážení) pak můžeme dát sušit na sklíčku do sušárny. Sušení povede k dehydrataci dihydrátu na chlorid měďnatý, který je tmavě hnědý. ⁽²⁾

Kritické body:

Jediný kritický bod je v zahušťování, může se stát, že nám modrý roztok zezelená. Tato změna nás upozorňuje na velký nadbytek kyseliny chlorovodíkové. Proto roztok zředíme vodou, zfiltrujeme jej a dáme znovu zahustit. Tento proces provádíme do té doby, dokud nám při zahuštění roztok nezůstane modrý.



A



B



C



D



E



F



G

A – oxid měďnatý

B – filtrace pro zbavení nečistot

C – čistý zfiltrovaný roztok

D – zahušťování roztoku

E – zezelenání roztoku (kritický bod)

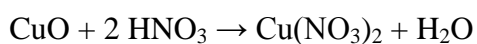
F- filtrace po zředění vodou, roztoku se vrátí modrá barva

G – dihydrát chloridu měďnatého





3.10 Rozpouštění oxidů kovů v kyselině

3.10.1 Příprava 20 g hexahydrátu dusičnanu měďnatého, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Pro přípravu hexahydrátu dusičnanu měďnatého potřebujeme oxid měďnatý a kyselinu dusičnou, reakce probíhá takto:



Pomůcky: třecí miska s tloučkem, porcelánová miska, tyčinky, kádinky, odměrný válec, Büchnerova nálevka, lžička, kahan, trojnožka, síťka

Chemikálie: CuO   ⁽⁸⁾⁽⁹⁾, HNO₃   ⁽⁵⁾⁽⁷⁾, destilovaná voda

Postup práce:

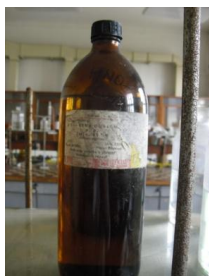
Veškerou práci provádíme v digestoři. Odvážíme si oxid měďnatý a odměříme si kyselinu dusičnou, kterou zředíme destilovanou vodou. Necháme reagovat oxid s kyselinou, reakce může podle velikosti částic kovu probíhat dlouho, je proto možné nechat reakci probíhat do dalšího laboratorního cvičení. Roztok můžeme v průběhu reakce několikrát zahřát, aby se rozpustilo co největší množství oxidu. Provedeme rušenou krystalizaci, při které se začnou vylučovat modré krystaly. Ty pak odsajeme na Büchnerově nálevce. Poté je usušíme mezi dvěma filtračními papíry. Krystaly dáme do předem zvážené prachovnice, zvažíme a vypočítáme výtěžek. ⁽²⁾

Kritické body:

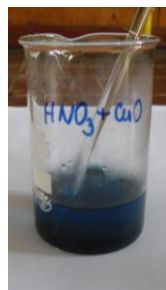
Jediný kritický bod je při sušení. Nesmíme dát krystaly na filtračním papíru sušit do sušárny, protože tam by nám z krystalů zbyl jen papír spálený na uhlí, musíme si uvědomit, že nám zde reaguje kyselina dusičná, jejíž soli mají výrazné oxidační účinky. Hexahydrát dusičnanu měďnatého je silně hygroskopická látka



A



B



C



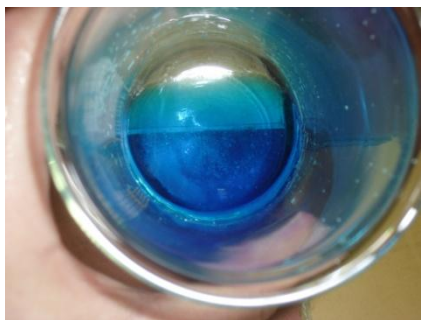
D



E



F



G

H

A – oxid měďnatý

B – kyselina dusičná

C – směs oxidu měďnatého a kyseliny dusičné

D – práce v digestoři

E – zahřívání roztoku, aby se rozpustil zbytek oxidu měďnatého

F – filtrace

G – tvoření krystalů hexahydrátu dusičnanu měďnatého

H – hexahydrát dusičnanu měďnatého

Doba přípravy se pohybuje kolem dvou až tří hodin.

3.11 Oxidace a redukce - zkumavkové reakce běžných oxidovadel

($\text{KMnO}_4, \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)

Při následných zkumavkových reakcích si vždy připravíme tři zkumavky. V první zkumavce bude okyselený roztok, ve druhé neutrální roztok a ve třetí roztok zásaditý.



Roztoky: hydroxid sodný, kyselina sírová, siřičitan sodný, dusitan sodný, manganistan draselný, dichroman draselný



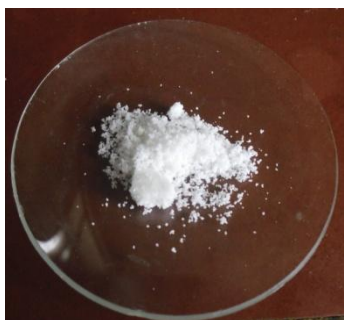
A



B



C



D



E



F

A – hydroxid sodný

B – kyselina sírová

C – siřičitan sodný






D – dusitan sodný

E – manganistan draselný

F – dichroman draselný

3.11.1 Reakce manganistanu draselného, KMnO_4

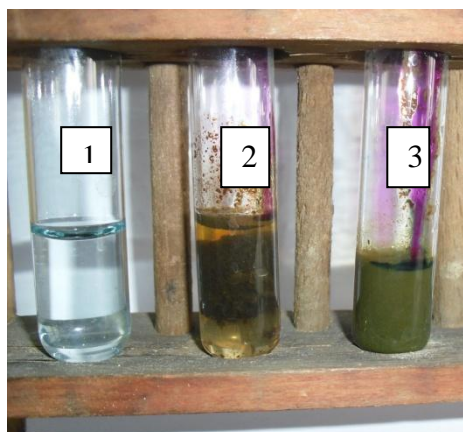
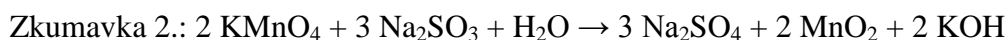
Chemikálie: KMnO_4    (8)(9)(5), Na_2SO_3    (4)(7)(9),

H_2SO_4  (7), NaOH  (7), destilovaná voda, NaNO_2    (4)(8)(5)

3.11.1.1 se siřičitanem sodným, Na_2SO_3

Do každé zkumavky dáme 1 – 2 ml 5 % roztoku siřičitanu sodného, poté upravíme pH u každé zkumavky, do první přidáme po kapkách zředěnou kyselinu sírovou (1:5), do druhé nepřidáme nic a do třetí přidáme po kapkách 10% hydroxid sodný. Následně k jednotlivým roztokům přidáváme po kapkách manganistan draselný a pozorujeme změny barvy. ⁽¹⁾

Probíhají zde následující reakce:



1 – kyselé prostředí

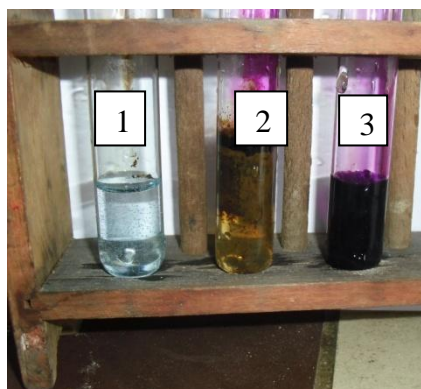
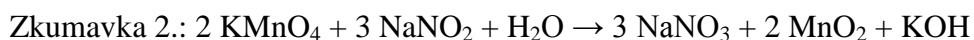
2 – neutrální prostředí

3 – zásadité prostředí

3.11.1.2 s dusitanem sodným, NaNO_2

Do každé zkumavky dáme 1 – 2 ml 5 % roztoku dusitanu sodného, poté upravíme pH u každé zkumavky, do první přidáme po kapkách zředěnou kyselinu sírovou (1:5), do druhé nedáváme nic a do třetí přidáváme po kapkách 10 % roztok hydroxidu sodného. Nakonec do každé zkumavky přidáváme po kapkách manganistan draselný a sledujeme barevné změny u každé zkumavky. ⁽¹⁾

Probíhají zde reakce:














1- kyselé prostředí

2 – neutrální prostředí

3 – zásadité prostředí

U třetí zkumavky je patrné, že zde byl dán velký přebytek manganistanu, proto je roztok fialový.

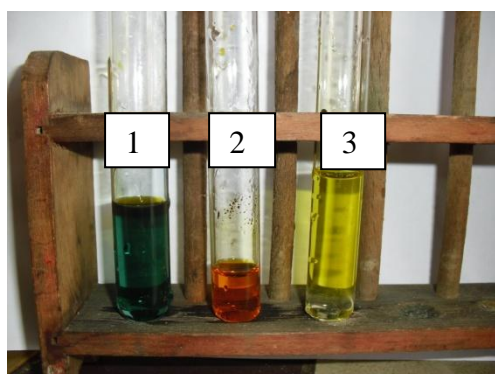
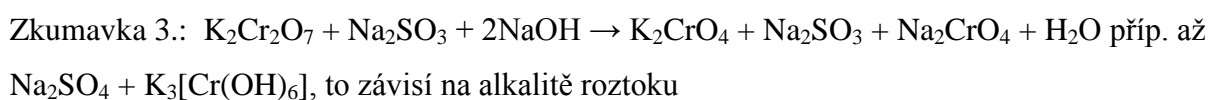
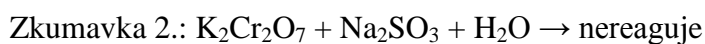
3.11.2 Reakce dichromanu draselného, $K_2Cr_2O_7$

Chemikálie: $K_2Cr_2O_7$    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁵⁾, Na_2SO_3    ⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁹⁾, H_2SO_4  ⁽⁷⁾, $NaOH$  ⁽⁷⁾, destilovaná voda, $NaNO_2$    ⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁵⁾

3.11.2.1 se siřičitanem sodným, Na_2SO_3

Do každé zkumavky dáme 1 – 2 ml 5 % roztoku siřičitanu sodného, poté upravíme pH u každé zkumavky, do první přidáme po kapkách zředěnou kyselinu sírovou (1:5), do druhé nepřidáme nic a do třetí přidáme po kapkách 10% hydroxid sodný. Následně k jednotlivým roztokům přidáváme po kapkách dichroman draselný a pozorujeme změny barvy. ⁽¹⁾

Probíhají zde následné reakce:



1 – kyselé prostředí

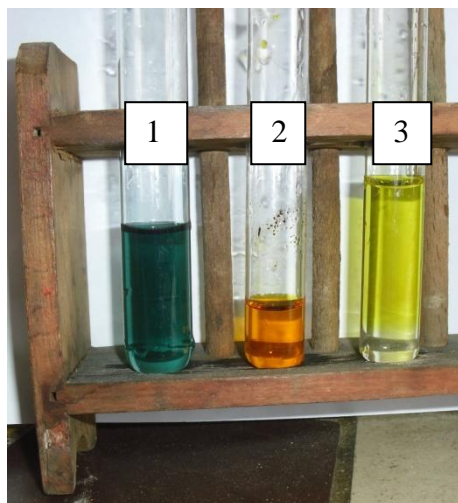
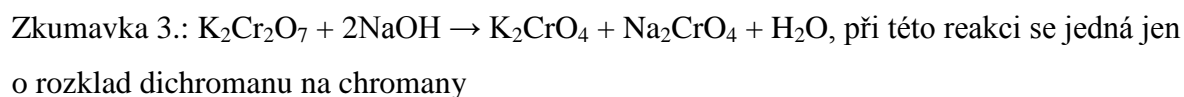
2 – neutrální prostředí

3 – zásadité prostředí

3.11.2.2 2 s dusitanem sodným, NaNO_2

Do každé zkumavky dáme 1 – 2 ml 5 % roztoku dusitanu sodného, poté upravíme pH u každé zkumavky, do první přidáme po kapkách zředěnou kyselinu sírovou (1:5), do druhé nedáváme nic a do třetí přidáváme po kapkách 10 % roztok hydroxidu sodného. Nakonec do každé zkumavky přidáváme po kapkách dichroman draselný a sledujeme barevné změny u každé zkumavky. ⁽¹⁾

Probíhají zde reakce:



- 1 – kyselé prostředí
- 2 – neutrální prostředí
- 3 – zásadité prostředí

4. Závěr

Mým úkolem bylo navrhnout modelovou sestavu pracovních úloh pro laboratorní cvičení z anorganické chemie. Přitom bylo třeba brát do úvahy časovou náročnost jednotlivých úloh, možnosti laboratoře jak z hlediska dostupných chemikálií, tak dalšího vybavení. Dále měly být tyto úlohy schopny pokrýt všechny běžné typy reakcí a různé postupy oddělení nebo přečištění výsledného produktu. Na základě těchto požadavků jsem navrhla celkem jedenáct jednotlivých preparací a jejich doplnění vybranými zkumavkovými reakcemi.

Jednotlivé práce byly otestovány v laboratoři podle publikovaných návodů a podle možností byly tyto postupy modifikovány tak, aby byly výsledky reakcí nejlepší. Vzhledem k častému využívání rušené krytalizace jsem navrhla jako součást laboratoří přečištění dichromanu draselného k nácviku tohoto postupu, zároveň je zde důležitý postup výpočtu potřebného množství a práce s tabulkami. Dále jsem upravila postup přípravy dihydrátu chloridu měďnatého, u kterého jsem z časových důvodů navrhla vynechat první krok, tj. přípravu oxidu měďnatého. V některých úlohách, především s využitím redoxních reakcí, jsem otestovala potřebný nadbytek činidel k co nejúspěšnějšímu výsledku reakce (např. příprava dodekahydrátu síranu draselno-chromitého). Zkumavkové reakce jsem zavedla pro ověření teoretických poznatků z přednášek anorganické chemie a zároveň jako ukázkou vlivu prostředí na průběh chemické reakce.

Návody pro jednotlivé úlohy byly doplněny o vlastnosti chemikálií a jejich označení rizik a bezpečnostních opatření podle zákona o chemických látkách číslo zákona 350/2011 Sb. Zároveň jsou u každé práce vytčeny některé okolnosti, které mohou být podle mých skutečností zásadní pro její úspěšný průběh.

5 Seznam použité literatury

1. Ing. Dagmar Sýkorová CSc a kol.: Návod pro laboratoře z anorganické chemie, VŠCHT Praha, Praha 1996
2. Miloslav Volín: Návod k laboratorním cvičením z anorganické chemie, Státní pedagogické nakladatelství Praha, Praha 1957
3. Výstražné symboly. *Envi group*. [online]. [cit. 2012-06-21].
Dostupné z: <http://www.envigroup.cz/www/podnikova-ekologie/chlp/symboly.html>
4. Wikipedia. *Wikipedia* [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Hazard_T.svg
5. Wikipedia. *Wikipedia* [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Hazard_O.svg
6. Klikorka J., Klazar J., Zástěra A., Horák J.: Úvod do preparativní anorganické chemie, SNTL, Praha 1960
7. Wikipedia. *Wikipedia* [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Hazard_C.svg
8. Wikipedia. *Wikipedia* [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Hazard_N.svg
9. Wikipedia. *Wikipedia* [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Hazard_X.svg
10. Milbauer J., Laboratorní příprava anorganických preparátů, Československá společnost chemická, Praha 1947
11. Dance (vyhledávání látek). *Ministerstvo průmyslu a obchodu* [online]. [cit. 2012-06-21].
Dostupné z: <http://www.mpo.cz/cz/prumysl-a-stavebnictvi/dance/vyhledani-latek.html>
12. Seznam R – vět. *Ministerstvo průmyslu a obchodu*. [online]. [cit. 2012-06-21].
Dostupné z: <http://www.mpo.cz/cz/prumysl-a-stavebnictvi/dance/seznam-r-vet.html>
13. Seznam S – vět *Ministerstvo průmyslu a obchodu*. [online]. [cit. 2012-06-21]. Dostupné z:
<http://www.mpo.cz/cz/prumysl-a-stavebnictvi/dance/seznam-s-vet.html>

6 Resumé

Laboratory practice is an integral part of the study of chemistry and plays an irreplaceable role in education. The aim of these exercises is mainly to gain a practical knowledge of chemical substances on the basis of experiments and to compare these findings with theoretical principles. Today, it is also important due to economics and environmental aspects, so we learn how to deal with toxic and health-threatening substances.

This thesis is divided into a theoretical and a practical part.

In the theoretical section, at the first I focused on familiarization with the safety and administration of first aid and with laboratory equipment.

In the second part I explained the character of the substances used in the laboratory.

In the final part I have written about the drafting of the protocol and basic laboratory methods.

The practical part is focused on the design of six laboratory exercises. Great attention was paid on the critical points for individual instruction and preparation time.

7 Přílohy

Příloha 1 Seznam R a S vět

Příloha 2 Laboratorní řád ZČU

Příloha 3 Tabulka rozpustnosti látek za určitých teplot

Příloha 1 (převzato ze zdroje ^(12,13))

Seznam R a S vět:

Seznam R vět

| | |
|-----------|--|
| R1 | Výbušný v suchém stavu |
| R2 | Nebezpečí výbuchu při úderu, tření, ohni nebo působením jiných zdrojů zapálení |
| R3 | Velké nebezpečí výbuchu při úderu, tření, ohni nebo působením jiných zdrojů zapálení |
| R4 | Vytváří vysoce výbušné kovové sloučeniny |
| R5 | Zahřívání může způsobit výbuch |
| R6 | Výbušný za přístupu i bez přístupu vzduchu |
| R7 | Může způsobit požár |
| R8 | Dotek s hořlavým materiálem může způsobit požár |
| R9 | Výbušný při smíchání s hořlavým materiálem. |
| R10 | Hořlavý |
| R11 | Vysoce hořlavý |
| R12 | Extrémně hořlavý |
| R14 | Prudce reaguje s vodou |
| R14/15 | Prudce reaguje s vodou za uvolňování extrémně hořlavých plynů |
| R15 | Při styku s vodou uvolňuje extrémně hořlavé plyny |
| R15/29 | Při styku s vodou uvolňuje toxický, extrémně hořlavý plyn |
| R16 | Výbušný při smíchání s oxidačními látkami |
| R17 | Samovznětlivý na vzduchu |
| R18 | Při používání může vytvářet hořlavé nebo výbušné směsi par se vzduchem |
| R19 | Může vytvářet výbušné peroxidy |
| R20 | Zdraví škodlivý při vdechování |
| R20/21 | Zdraví škodlivý při vdechování a při styku s kůží |
| R20/21/22 | Zdraví škodlivý při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R20/22 | Zdraví škodlivý při vdechování a při požití |
| R21 | Zdraví škodlivý při styku s kůží |
| R21/22 | Zdraví škodlivý při styku s kůží a při požití |
| R22 | Zdraví škodlivý při požití |
| R23 | Toxický při vdechování |
| R23/24 | Toxický při vdechování a při styku s kůží |
| R23/24/25 | Toxický při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R23/25 | Toxický při vdechování a při požití |
| R24 | Toxický při styku s kůží |
| R24/25 | Toxický při styku s kůží a při požití |
| R25 | Toxický při požití |
| R26 | Vysoce toxický při vdechování |
| R26/27 | Vysoce toxický při vdechování a při styku s kůží |

| | |
|--------------|---|
| R26/27/28 | Vysoce toxický při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R26/28 | Vysoce toxický při vdechování a při požití |
| R27 | Vysoce toxický při styku s kůží |
| R27/28 | Vysoce toxický při styku s kůží a při požití |
| R28 | Vysoce toxický při požití |
| R29 | Uvolňuje toxický plyn při styku s vodou |
| R30 | Při používání se může stát vysoce hořlavým |
| R31 | Uvolňuje toxický plyn při styku s kyselinami |
| R32 | Uvolňuje vysoce toxický plyn při styku s kyselinami |
| R33 | Nebezpečí kumulativních účinků |
| R34 | Způsobuje poleptání |
| R35 | Způsobuje těžké poleptání |
| R36 | Dráždí oči |
| R36/37 | Dráždí oči a dýchací orgány |
| R36/37/38 | Dráždí oči, dýchací orgány a kůži |
| R36/38 | Dráždí oči a kůži |
| R37 | Dráždí dýchací orgány |
| R37/38 | Dráždí dýchací orgány a kůži |
| R38 | Dráždí kůži |
| R39 | Nebezpečí velmi vážných nevratných účinků |
| R39/23 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování |
| R39/23/24 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží |
| R39/23/24/25 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R39/23/25 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při požití |
| R39/24 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží |
| R39/24/25 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží a při požití |
| R39/25 | Toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při požití |
| R39/26 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování |
| R39/26/27 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží |
| R39/26/27/28 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R39/26/28 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při požití |
| R39/27 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží |
| R39/27/28 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží a při požití |
| R39/28 | Vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při požití |
| R40 | Podezření na karcinogenní účinky |

| | |
|--------------|--|
| R41 | Nebezpečí vážného poškození očí |
| R42 | Může vyvolat senzibilizaci při vdechování |
| R42/43 | Může vyvolat senzibilizaci při vdechování a při styku s kůží |
| R43 | Může vyvolat senzibilizaci při styku s kůží |
| R44 | Nebezpečí výbuchu při zahřátí v uzavřeném obalu |
| R45 | Může vyvolat rakovinu |
| R46 | Může vyvolat poškození dědičných vlastností |
| R48 | Při dlouhodobé expozici nebezpečí vážného poškození zdraví |
| R48/20 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním |
| R48/20/21 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a stykem s kůží |
| R48/20/21/22 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním, stykem s kůží a požíváním |
| R48/20/22 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a požíváním |
| R48/21 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží |
| R48/21/22 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží a požíváním |
| R48/22 | Zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici požíváním |
| R48/23 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním |
| R48/23/24 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a stykem s kůží |
| R48/23/24/25 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním, stykem s kůží a požíváním |
| R48/23/25 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a požíváním |
| R48/24 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží |
| R48/24/25 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží a požíváním |
| R48/25 | Toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici požíváním |
| R49 | Může vyvolat rakovinu při vdechování |
| R50 | Vysoce toxický pro vodní organismy |
| R50/53 | Vysoce toxický pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí |
| R51 | Toxický pro vodní organismy |
| R51/53 | Toxický pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí |
| R52 | Škodlivý pro vodní organismy |

| | |
|--------------|--|
| R52/53 | Škodlivý pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí |
| R53 | Může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí |
| R54 | Toxický pro rostliny |
| R55 | Toxický pro živočichy |
| R56 | Toxický pro půdní organismy |
| R57 | Toxický pro včely |
| R58 | Může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky v životním prostředí |
| R59 | Nebezpečný pro ozonovou vrstvu |
| R60 | Může poškodit reprodukční schopnost |
| R61 | Může poškodit plod v těle matky |
| R62 | Možné nebezpečí poškození reprodukční schopnosti |
| R63 | Možné nebezpečí poškození plodu v těle matky |
| R64 | Může poškodit kojené dítě |
| R65 | Zdraví škodlivý: při požití může vyvolat poškození plic |
| R66 | Opakovaná expozice může způsobit vysušení nebo popraskání kůže |
| R67 | Vdechování par může způsobit ospalost a závratě |
| R68 | Možné nebezpečí nevratných účinků |
| R68/20 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování |
| R68/20/21 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží |
| R68/20/21/22 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití |
| R68/20/22 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování a při požití |
| R68/21 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při styku s kůží |
| R68/21/22 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při styku s kůží a při požití |
| R68/22 | Zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při požití |

Seznam S vět

| | |
|------------|--|
| S1 | Uchovávejte uzamčené. |
| S1/2 | Uchovávejte uzamčené a mimo dosah dětí |
| S2 | Uchovávejte mimo dosah dětí |
| S3 | Uchovávejte na chladném místě. |
| S3/7 | Uchovávejte obal těsně uzavřený na chladném místě |
| S3/9/14 | Uchovávejte na chladném, dobře větraném místě odděleně od (vzájemně se vylučující látky uvede výrobce) |
| S3/9/14/49 | Uchovávejte pouze v původním obalu na chladném dobře větraném místě, odděleně od (vzájemně se vylučující látky uvede výrobce) |
| S3/9/49 | Uchovávejte pouze v původním obalu na chladném, dobře větraném místě |
| S3/14 | Uchovávejte na chladném místě, odděleně od (vzájemně se vylučující látky uvede |

- výrobce)
- S4 Uchovávejte mimo obytné objekty
 - S5 Uchovávejte pod (příslušnou kapalinu specifikuje výrobce)
 - S6 Uchovávejte pod(inertní plyn specifikuje výrobce)
 - S7 Uchovávejte obal těsně uzavřený
 - S7/47 Uchovávejte obal těsně uzavřený, při teplotě nepřesahující0C (specifikuje výrobce)
 - S7/8 Uchovávejte obal těsně uzavřený a suchý
 - S7/9 Uchovávejte obal těsně uzavřený, na dobře větraném místě
 - S8 Uchovávejte obal suchý
 - S9 Uchovávejte obal na dobře větraném místě
 - S12 Neuchovávejte obal těsně uzavřený
 - S13 Uchovávejte odděleně od potravin, nápojů a krmiv
 - S14 Uchovávejte odděleně od ...(vzájemně se vylučující látky uvede výrobce)
 - S15 Chraňte před teplem
 - S16 Uchovávejte mimo dosah zdrojů zapálení - Zákaz kouření
 - S17 Uchovávejte mimo dosah hořlavých materiálů
 - S18 Zacházejte s obalem opatrně a opatrně jej otevřete
 - S20 Nejezte a nepijte při používání
 - S20/21 Nejezte, nepijte a nekuřte při používání
 - S21 Nekuřte při používání
 - S22 Nevdechujte prach
 - S23 Nevdechujte plyny/dýmy/páry/aerosoly (příslušný výraz specifikuje výrobce)
 - S24 Zamezte styku s kůží
 - S24/25 Zamezte styku s kůží a očima
 - S25 Zamezte styku s očima
 - S26 Při zasažení očí okamžitě důkladně vypláchněte vodou a vyhledejte lékařskou pomoc
 - S27 Okamžitě odložte veškeré kontaminované oblečení
 - S27/28 Po styku s kůží okamžitě odložte veškeré kontaminované oblečení a kůži okamžitě omyjte velkým množstvím...(vhodnou kapalinu specifikuje výrobce a dovozce)
 - S28 Při styku s kůží okamžitě omyjte velkým množstvím(vhodnou kapalinu specifikuje výrobce)
 - S29 Nevylévejte do kanalizace
 - S 29/35 Nevylévejte do kanalizace; tento materiál a jeho obal musí být zneškodněny bezpečným způsobem
 - S29/56 Nevylévejte do kanalizace, zneškodněte tento materiál a jeho obal ve sběrném místě pro zvláštní nebo nebezpečné odpady
 - S30 K tomuto výrobku nikdy nepřidávejte vodu
 - S33 Proveďte preventivní opatření proti výbojům statické elektřiny
 - S35 Tento materiál a jeho obal musí být zneškodněny bezpečným způsobem
 - S36 Používejte vhodný ochranný oděv

- S36/37 Používejte vhodný ochranný oděv a ochranné rukavice
- S36/37/39 Používejte vhodný ochranný oděv, ochranné rukavice a ochranné brýle nebo obličejový štít
- S36/39 Používejte vhodný ochranný oděv a ochranné brýle nebo obličejový štít
- S37 Používejte vhodné ochranné rukavice
- S37/39 Používejte vhodné ochranné rukavice a ochranné brýle nebo obličejový štít
- S38 V případě nedostatečného větrání používejte vhodné vybavení pro ochranu dýchacích orgánů
- S39 Používejte osobní ochranné prostředky pro oči a obličej
- S40 Podlahy a předměty znečištěné tímto materiálem čistěte (specifikuje výrobce)
- S41 V případě požáru nebo výbuchu nevdechujte dýmy
- S42 Při fumigaci nebo rozprašování používejte vhodný ochranný prostředek k ochraně dýchacích orgánů (specifikaci uvede výrobce)
- S43 V případě požáru použijte ... (uved'te zde konkrétní typ hasicího zařízení. Pokud zvyšuje riziko voda, připojte "Nikdy nepoužívat vodu")
- S45 V případě nehody, nebo necítíte-li se dobře, okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc (je-li možno, ukažte toto označení)
- S46 Při požití okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc a ukažte tento obal nebo označení
- S47 Uchovávejte při teplotě nepřesahující ...°C (specifikuje výrobce)
- S47/49 Uchovávejte pouze v původním obalu při teplotě nepřesahující 0C (specifikuje výrobce)
- S48 Uchovávejte ve zvlhčeném stavu (vhodnou látku specifikuje výrobce)
- S49 Uchovávejte pouze v původním obalu
- S50 Nesměšujte s (specifikuje výrobce)
- S51 Používejte pouze v dobře větraných prostorách
- S52 Nedoporučuje se pro použití v interiéru na velké plochy
- S53 Zamezte expozici - před použitím si obzarejte speciální instrukce
- S56 Zneškodněte tento materiál a jeho obal ve sběrném místě pro zvláštní nebo nebezpečné odpady
- S57 Použijte vhodný obal k zamezení kontaminace životního prostředí
- S59 Informujte se u výrobce nebo dodavatele o regeneraci nebo recyklaci
- S60 Tento materiál a jeho obal musí být zneškodněny jako nebezpečný odpad
- S61 Zabraňte uvolnění do životního prostředí. Viz speciální pokyny nebo bezpečnostní listy
- S62 Při požití nevyvolávejte zvracení: okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc a ukažte tento obal nebo označení
- S63 V případě nehody při vdechnutí přenestepostiženého na čerstvý vzduch a nechejte v klidu
- S64 Při požití vypláchněte ústa velkým množstvím vody (pouze je-li postižený při vědomí)

Příloha 2

BEZPEČNOSTNÍ PŘEDPISY

Bezpečnostní předpisy pro práci v chemických laboratořích jsou právní norma, jejíž plný text je k dispozici v laboratoři. Byly vypracovány odborníky nikoli proto, aby nás omezovaly, nýbrž tak, aby chránily experimentátora i pracovníky v jeho okolí. Zde se seznámíme jen s odstavci, které se bezprostředně týkají tohoto cvičení.

1. V laboratořích musí být udržována čistota a pořádek. Únikové cesty a manipulační prostory musí být udržovány trvale volné.

2. V laboratoři je zakázáno jíst, pít a kouřit. Laboratorní nádobí se nesmí používat k jídlu, pití a přechovávání potravin. Potraviny ani nápoje nesmí být přechovávány v chladničkách určených pro laboratorní použití.

3. Pracovníci musí při práci používat přidělené ochranné pomůcky.

To jsou základní předpisy, na nichž jsou založena výše uvedená pravidla chování v laboratoři.

4. Chemikálie musí být ukládány v uzavřených nádobách z vhodného materiálu a označeny přesným názvem.

Při práci dbáme o to, abychom měli pečlivě označeny všechny používané chemikálie a roztoky, aby nemohlo dojít k jejich záměně. Přenášíme-li plné lahve (zejména větší), držíme je jednou rukou za hrdlo a druhou rukou je přidržujeme zespoda za dno.

5. Do odpadního potrubí je zakázáno vylévat rozpouštědla, která se nemísí s vodou, jedy, látky výbušné, koncentrované silné kyseliny a louhy a látky a jejich roztoky, které stykem s vodou, kyselinami a louhy uvolňují jedovaté nebo dráždivé plyny.

6. Do odpadního potrubí se smějí vylévat v omezeném množství jednorázově nejvýše

0,5 litrů po patřičném zředění (aspoň 1:10) rozpouštědla dokonale s vodou mísitelná a kyseliny a louhy zředěné nejméně 1:30.

S těmito body souvisí zásady práce se silnými kyselinami a hydroxidy. Protože jde o silné žíravé látky, je třeba s nimi pracovat krajně opatrně. Při nalévání používáme nálevky a lijeme vždy po tyčince. Dbáme vždy na to, abychom nepoškodili štítek s názvem žíraviny (držíme nádobu štítkem do dlaně) a nezanechali malá množství obsahu na vnějším povrchu nádoby. Zbytky koncentrovaných kyselin a hydroxidů vyléváme do výlevky v proudu tekoucí vody velmi pomalu a nakonec ještě výlevku důkladně vypláchneme vodou.

Odměrování malých množství žíravín provádíme buď v odměrném válci nebo pomocí speciálních násosek. Nikdy je nenasáváme přímo do pipety ústy, jak se to dělá v případě neagresivních kapalin. Při práci s kyselinami a hydroxidy, zejména při jejich přelévání nebo ředění, si chráníme obličej a zejména oči štítem nebo brýlemi a ruce gumovými rukavicemi. Po skončené práci rukavice důkladně omyjeme vodou a mýdlem a osušíme je. Rozlité kyseliny nejdříve neutralizujeme vodou či pevným uhličitanem sodným a potom zbytek utřeme hadrem.

7. Střepey a jiné odpadky s ostrými hranami musí být odkládány do zvláštní odpadní nádoby.

8. Při práci s vakuem nebo přetlakem ve skle se musí používat jen vhodné nepoškozené nádobí a podtlakové části aparatury zakrýt štítem.

Při práci se sklem, jako je např. sestavování skleněných aparatur, postupujeme vždy velmi opatrně. V současné době jsou části prakticky všech skleněných aparatur vzájemně spojeny zábrusy.

Práce s nimi vyžaduje dodržování určitých pravidel. Při sestavování musí být zábrus dokonale čistý a tence namazaný vhodným těsnidlem. Mírným pootočením namazaných

sestavených dílů dosáhneme utěsnění, které se projeví zprůhledněním zábrusu. Není-li po práci možno zábrus rozebrat, přivoláme vedoucího cvičení nebo laboranta. Ti zábrus zpravidla uvolní poklepem nebo mírným ohřátím pláště. Tyto činnosti však vyžadují určitou praxi, a proto se o ně nepokoušíme sami.

Do styku se sklem přicházíme více také např. při přípravě kapilár. Zde si nezapomeneme chránit ruce hadrem (nebo alespoň cípem pláště) při odřezávání výchozích kousků trubiček a okamžitě s laboratorního stolu smetáčkem a lopatkou odstranit odpadky.

Stejně tak ihned opatrně a nikoli holou rukou odstraníme do označených nádob střepy po případné nehodě provázené rozbitím skleněné nádoby.

9. Při práci se zdraví škodlivými látkami je třeba dbát, aby nedošlo ke styku chemikálie s pokožkou, sliznicí, dýchacími orgány a zažívacím ústrojím.

10. Veškeré manipulace s látkami dýmavými, dráždivými, zapáchajícími, jedovatými, spalování a žihání látek je dovoleno provádět jen v digestoři s dostatečným odtažením.

11. Při všech manipulačních pracích s látkami v otevřených nádobách se musí udržovat ústí nádob odvrácené od osob.

Konkrétní pokyny týkající se těchto předpisů jsou uvedeny u příslušné úlohy.

Obzvláště významná je v této souvislosti technika práce s jedy. Je třeba si uvědomit, že jedovaté jsou prakticky všechny laboratorní chemikálie. Při práci je tedy třeba postupovat opatrně, vyhnout se jakékoli možnosti polknutí roztoků či kontaminace úst a okolí, udržovat čistotu a po skončení práce si umýt ruce. Umyjeme se i kdykoli v průběhu práce, máme-li podezření, že jsme se mohli jedovatým roztokem potřísnit. Některé chemikálie (např. kyanidy, sloučeniny arsenu) podléhají jako tzv. zvláště nebezpečné jedy zákonu o jedech, kdy kromě těchto technických opatření je třeba ještě dodržovat další speciální kroky, aby se mj.

zabránilo zneužití těchto látek. S takovými látkami v tomto praktiku nepřijdeme do styku.

Speciální nebezpečnou chemikálií, se kterou můžeme přijít do styku např. při rozbití teploměru, je rtuť. Pokud se nám nehoda s rozlitím rtuti přihodí, snažíme se co nejvíce zabránit zatečení rtuti pod nábytek nebo do jakýchkoli spár. Pomocí navlhčeného filtračního papíru shrneme drobné kapičky rtuti do větších kapek, které sebereme do skleněné lékovky a předáme laborantovi k recyklaci. Místo, kde byla rtuť rozlita, potom posypeme pod dohledem laboranta práškovou sírou.

12. Při destilaci nízkovroucí hořlaviny se musí kontrolovat přívod vody do chladiče a odstranit z okolí všechny jiné hořlaviny do bezpečné vzdálenosti.

13. Při rozlití hořlaviny je nutno okamžitě zhasnout kahan, vypnout elektrický proud mimo laboratoř a postarat se o důkladné větrání. Kapalina se vsákne do vhodného póresního materiálu, který se musí odstranit na bezpečné místo. Nepochopitelně rozpouštědla rozlitá na PVC se nesmějí roztírat.

V tomto cvičení je používání hořlavin omezeno na minimum. Obecně při práci s hořlavinami musíme dbát na to, aby v okolí nebyl otevřený plamen.

14. Zapálené hořáky kahanů není dovoleno ponechat hořet bez dozoru.

15. Při zjištění závady na instalaci nebo plynovém spotřebiči je nutno příslušný úsek nebo spotřebič uzavřít a zajistit opravu.

Pokud by přes veškerou opatrnost došlo v laboratoři k lokálnímu požáru pracovního místa, nepoužíváme k jeho likvidaci v chemické laboratoři vody, ale vždy hasicích přístrojů. Při hašení požáru menšího rozsahu se s výhodou používá hasicích azbestových roušek. Často také k uhašení požáru postačí zamezit přístupu vzduchu (přikrytí kádinky s hořícím lihem hodinovým sklem).

16. Ocelové láhve se stlačeným plynem musí být zajištěny proti pádu třmeny, řetízky nebo

uchycením ve stojanu. Vzdálenost ocelové láhve od hořícího plamene musí být nejméně 3 m.

17. Plyny se smějí vypouštět z láhví pouze přes redukční ventil určený pro daný plyn.

Ve smyslu těchto odstavců se pohybujeme ve cvičení v blízkosti ocelové láhve s CO₂ s patřičnou opatrností, nepřemísťujeme ji, ani do její blízkosti neinstalujeme kahan. Nikdy také nezkoušíme, je-li v láhvi ještě plyn tím, že bychom prostě otevřeli v laboratoři uzávěr.

Při této zkoušce se obecně postupuje tak, že k vývodu škrťací jehly nasadíme hadičku a zaváděcí trubičkou zkoušíme plyn bublat do kapaliny, která jej dostatečně pohlcuje. Máme-li sebemenší podezření, že je láhev nebo redukční ventil poškozen, ohlásíme ihned závalu vedoucím cvičení.

18. Osoby bez elektrotechnické kvalifikace mohou:

a) samostatně obsluhovat jednoduchá elektrická zařízení provedená tak, že při jejich obsluze nemohou přijít do styku s částmi pod napětím;

b) pracovat v blízkosti částí pod napětím jen při dodržování bezpečných vzdáleností.

19. Opravovat, udržovat a rozšiřovat elektrické instalace a elektrické spotřebiče je dovoleno pouze osobám s elektrotechnickou kvalifikací.

Při práci s elektrickými spotřebiči musíme mít vždy suché ruce a rovněž přístroje chráníme před zvlhnutím nebo dokonce zatečením kapalin. Pokud při práci dojde k poruše, posluchači se nikdy sami nepokoušejí závalu odstranit (a to ani v případě, že mají s takovou činností zkušenosti). Je nutno přístroj okamžitě vypnout a závalu ohlásit vedoucím cvičení.

PRVNÍ POMOC

1. Popáleniny: drobné popáleniny můžeme ochladit omytím ethanolem nebo vodou a případně ovázat. V případě větší či otevřené popáleniny popálené místo neomýváme,

opatrně je pouze zavážeme sterilním obvazem. V žádném případě nenanášíme masti nebo zásypy!

2. Zasažení kůže žíravinou: poleptané místo omyjeme okamžitě silným proudem vody z vodovodu a toto omývání provádíme několik minut. Pokud k zasažení došlo přes oděv, je nutno oděv okamžitě a rychle svléci. Čas je tu rozhodující a při prodlení může místo celkem banální nehody dojít k vážnému poškození zdraví!

Po důkladném omytí je možno provést neutralizaci:

a) poleptání kyselinou neutralizujeme 3-10% roztokem hydrogenuhličitanu sodného nebo mýdlovou vodou;

b) poleptání hydroxidem neutralizujeme 3% roztokem kyseliny citrónové nebo octové.

3. Poleptání očí: oko opět nejprve vypláchneme co nejintenzivněji vodou z vodovodu.

Před vyhledáním lékařské pomoci můžeme po vypláchnutí oko ošetřit tzv. borovou vodou z lékárničky.

4. Polknutí chemického materiálu: ústa vypláchneme důkladně vodou a potom případně neutralizačním roztokem jako v případě kontaminace kůže. O dalším postupu musí rozhodnout vedoucí cvičení podle konkrétního případu.

5. Pořezání: větší rány zásadně nevymýváme ani vodou ani dezinfekčním prostředkem, pouze přiložíme sterilní obvaz. Pouze zcela drobná povrchní poranění ošetříme dezinfekčním prostředkem (3% peroxid vodíku, ajatin) a obvážeme.

6. Otrava plynem: při značnějším vdechnutí některých plynů (svítiplyn, oxid siřičitý, chlor, amoniak) je třeba postiženého dopravit na čerstvý vzduch a ponechat ho v klidu do dalšího ošetření.

Důležité upozornění: pokud by nějakou souhrou náhod nebyl v okamžiku úrazu

v blízkosti žádný z vedoucích cvičení, co nejdříve vedoucí o každém, i zdánlivě bezvýznamném úrazu informujeme. Vedoucí umí na základě zkušenosti posoudit provedené první ošetření a rozhodnout, zda je třeba vyhledat lékařské ošetření.

2 Rozpustnosti látek ve vodě za různých teplot



Rozpustnost za dané teploty je vyjádřena hmotností sloučeniny v gramech, která se rozpustí ve 100 g vody (§ - taje v krystalové vodě)

| Sloučenina | 0 °C | 20 °C | 60 °C | 100 °C |
|---|-------|---------------|---------------|---------------|
| AgF.2H ₂ O | - | 432 | 771 (40 °C) | 630 (108 °C) |
| AgNO ₂ | 0,16 | 0,34 | 1,36 | - |
| AgNO ₃ | 122 | 222 | 525 | 952 |
| Ag ₂ SO ₄ | 0,57 | 0,8 | 1,15 | 1,41 |
| AlCl ₃ .6H ₂ O | 123,4 | 131,9 | 142,8 | 147,2 |
| Al(NO ₃) ₃ .9H ₂ O | 194,5 | 297,5 | 976 | § |
| Al ₂ (SO ₄) ₃ .18H ₂ O | 86,2 | 108,2 | 262,7 | 1 108 |
| Ba(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ .3H ₂ O | 81,7 | 101,2 | 106,3 | 108 |
| BaCl ₂ .H ₂ O | 39,2 | 44,6 | 59,2 | 76,8 |
| Ba(HCO ₃) ₂ | 26,2 | 29,9 | 38,6 | 51,3 |
| Ba(NO ₃) ₂ | 5 | 9,2 | 20,3 | 34,2 |
| Ba(OH) ₂ .8H ₂ O | 3,1 | 7,4 | 46,8 | 1268 (80 °C) |
| BaS ₂ O ₆ .2H ₂ O | 7,8 | 15,7 | 19,86 (30 °C) | - |
| Br ₂ | 4,17 | 3,58 | 3,52 (50 °C) | |
| CaCl ₂ .2H ₂ O | 97,6 | 130,1 | 325,9 | 435,2 |
| CaCl ₂ .6H ₂ O | 279,3 | 535,9 | § | § |
| Ca(HCO ₃) ₂ | 16,2 | 16,6 | 17,5 | 18,4 |
| Ca(OH) ₂ | 0,18 | 0,16 | 0,12 | 0,08 |
| CaSO ₄ .2H ₂ O | 0,22 | 0,26 (25 °C) | 0,24 (65 °C) | 0,2 |
| CdCl ₂ .H ₂ O | 108,4 | 170,2 | 173,1 | 188,7 |
| CdI ₂ | 79,8 | 86,2 | 97,4 (50 °C) | 127,6 |
| Cd(NO ₃) ₂ .4H ₂ O | 255,7 | 399,1 (25 °C) | § | § |
| CoCl ₂ .6H ₂ O | 116,6 | 159,1 | 672,5 | 1 430 |
| Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O | 265,5 | 388,8 | 1 272 | § |
| CoSO ₄ .7H ₂ O | 58,6 | 93 | 215,4 | 464 |
| CrO ₃ | 164,9 | - | 182,1 (50 °C) | 206,8 |
| CuCl ₂ .2H ₂ O | 110,6 | 123 | 152,9 | 192,4 |
| Cu(NO ₃) ₂ .3H ₂ O | 137,8 | 252 | 475,1 | 667,3 (80 °C) |

| Sloučenina | 0 °C | 20 °C | 60 °C | 100 °C |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------|
| $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | 24,3 | 36,6 | 80,8 | 205,3 |
| $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 159,7 (10 °C) | - | - | 416,3 |
| $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 245,8 | 393,9 | § | § |
| $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ | 205 | 350,6 (25 °C) | 590,4 (40 °C) | - |
| $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 32,7 | 62,1 | 149,0 (50 °C) | 98,8 (90 °C) |
| $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 5,2 | 13,9 | 75 | 345 (90 °C) |
| H_3BO_3 | 2,66 | 5,04 | 14,81 | 40,25 |
| HgCl_2 | 3,6 | 6,54 | 16,2 | 61,3 |
| I_2 | - | 0,03 | 0,08 | - |
| $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ | 5,6 | 11,4 | 57,5 | 229,1 (90 °C) |
| KBr | 53,5 | 65,2 | 85,5 | 104 |
| KCl | 27,6 | 34 | 45,5 | 57 |
| KClO_3 | 3,3 | 7,4 | 24,5 | 56,7 |
| KClO_4 | 0,75 | 1,8 | 9 | 21,8 |
| $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ | - | 24,39 (25 °C) | - | 50 |
| $\text{K}_2\text{Cu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 4,84 | 9,09 | 15,73 (40 °C) | - |
| KHCO_3 | 22,4 | 33,2 | 60 | - |
| KI | 127,5 | 144 | 176 | 208 |
| KIO_3 | 4,73 | 8,13 | 18,5 | 32,2 |
| KMnO_4 | 2,83 | 6,4 | 22,2 | - |
| KNO_2 | 278,8 | 298,4 | 334,9 (40 °C) | 412,8 |
| KNO_3 | 13,3 | 31,6 | 110 | 246 |
| $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (vinan) | 26 | 66 (25 °C) | - | - |
| KOH | 97 | 112 | 140 (50 °C) | 178 |
| K_2CO_3 | 105,5 | 110, | 126,8 | 155,7 |
| K_2CrO_4 | 58,2 | 61,7 | 68,6 | 75,6 |
| $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ | 5 | 12 | 43 | 80 |
| K_2SO_4 | 7,35 | 11,11 | 18,17 | 24,1 |
| $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ | 31 | 43 | 66 | 82,6 (104 °C) |
| $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 16,6 | 33,7 | 59,6 (50 °C) | 95,4 |
| Li_2CO_3 | 1,54 | 1,33 | 1,01 | 0,72 |
| $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 281,3 | 305,1 | 425 | 909 |
| $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 93,5 (10 °C) | 117,2 | 249,1 | 491 |
| $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 156,5 | 201,4 | 451,6 | 534 |
| $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 426,3 | 1 659 | § | § |
| $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ | 105,5 | 132,7 | 110,1 | 59,9 |

| Sloučenina | 0 °C | 20 °C | 60 °C | 100 °C |
|--|--------------|---------------|----------------|---------------|
| NH ₄ Cl | 29,4 | 37,2 | 55,2 | 77,3 |
| NH ₄ Cr(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O | - | 21,2 (25 °C) | 32,8 (40 °C) | - |
| NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O | - | 124,8 (25 °C) | - | - |
| NH ₄ NO ₃ | 118,3 | 192 | 421 | 871 |
| (NH ₄) ₂ CrO ₄ | - | 40,4 (30 °C) | - | - |
| (NH ₄) ₂ Fe(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O | 18,1 | 25,4 (10 °C) | 65,1 (50 °C) | 89,4 (70 °C) |
| (NH ₄) ₂ Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O | 1,3 | 9,1 | 25 | 29,7 |
| NaCl | 35,7 | 36 | 37,3 | 39,8 |
| NaClO ₃ | 79 | 101 | 155 | 230 |
| NaClO ₄ ·H ₂ O | 259 | 349,8 (25 °C) | 557 (55 °C) | 732 |
| NaHCO ₃ | 6,9 | 9,6 | 16,4 | - |
| NaNO ₂ | 72,1 | 84,5 | 104,1 (50 °C) | 163,2 |
| NaNO ₃ | 73 | 88 | 124 | 180 |
| NaOH | 42 | 109 | 174 | 347 |
| Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O | 2,4 | 5,2 | 47 | 187,7 |
| Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O | 21,4 | 91,4 | 593 | 542 |
| Na ₂ S·9H ₂ O | 69,6 (10 °C) | 94,9 | 1 162 | § |
| Na ₂ SO ₃ ·7H ₂ O | 32,2 | 73,6 | 80,9 | - |
| Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O | 12,1 | 58,3 | 241,4 | 209 |
| Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O | 117,5 | 182,7 | 8001 (50 °C) | § |
| NiCl ₂ ·6H ₂ O | 179,6 | 253,4 | 479,5 | 596 |
| NiSO ₄ ·7H ₂ O | 63,4 | 118,2 (30 °C) | 179,7 | 371,2 |
| Pb(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ ·3H ₂ O | 23 | 51,6 | 135,25 (40 °C) | 257,7 (50 °C) |
| PbCl ₂ | 0,76 | 0,99 | 1,98 | 3,3 |
| PbI ₂ | 0,04 | 0,07 | 0,2 | 0,44 |
| Pb(NO ₃) ₂ | 38,8 | 56,5 | 95 | 138,8 |
| SbCl ₃ | 601,6 | 931,5 | 4 531 | - |
| SnCl ₂ ·2H ₂ O | 118,7 | 659 (15 °C) | - | - |
| ZnCl ₂ | 342 | 396 | 488 | 615 |
| ZnSO ₄ ·7H ₂ O | 110,9 | 168,4 | 341,8 (50 °C) | 390,1 |