

**JIHOČESKÁ UNIVERZITA  
V ČESKÝCH BUDĚJOVICÍCH**

**Zemědělská fakulta**

**LABORATORNÍ TECHNIKA  
(Cvičení)**

**RNDr. Karel LICHTENBERG, CSc.  
Mgr. Jana SCHMIDTMAYEROVÁ**

**Recenzent: Doc. RNDr. Hana ČTRNÁCTOVÁ, CSc.**

**Přírodovědecká fakulta UK**

**Praha**

# OBSAH

|                                               |           |
|-----------------------------------------------|-----------|
| <b>1. Úvod .....</b>                          | <b>4</b>  |
| <b>2. Práce v chemické laboratoři .....</b>   | <b>6</b>  |
| 2.1. Provozní řád v chemické laboratoři ..... | 6         |
| 2.2. Laboratorní řád.....                     | 11        |
| 2.3. Protokol .....                           | 12        |
| 2.4. Chemické nádobí a pomůcky .....          | 13        |
| 2.4.1. Varné sklo.....                        | 14        |
| 2.4.2. Technické sklo.....                    | 15        |
| 2.4.3. Odměrné sklo.....                      | 15        |
| 2.4.4. Porcelánové nádobí .....               | 16        |
| 2.4.5. Laboratorní pomůcky .....              | 16        |
| 2.5. Základní práce v laboratoři .....        | 26        |
| 2.5.1. Sestavení aparatury.....               | 26        |
| 2.5.2. Zahřívání.....                         | 26        |
| 2.5.3. Chlazení.....                          | 28        |
| 2.5.4. Vážení .....                           | 28        |
| 2.5.5. Měření objemu kapalin.....             | 29        |
| 2.5.6. Příprava roztoků .....                 | 30        |
| 2.5.7. Sušení.....                            | 30        |
| 2.5.8. Dělení směsí .....                     | 30        |
| 2.5.8.1. Filtrace .....                       | 31        |
| 2.5.8.2. Dekantace.....                       | 34        |
| 2.5.8.3. Krystalizace .....                   | 34        |
| 2.5.8.4. Chromatografie .....                 | 34        |
| 2.5.8.5. Destilace.....                       | 34        |
| 2.5.8.6. Extrakce .....                       | 34        |
| <b>3. Jednotlivé laboratorní úlohy.....</b>   | <b>35</b> |
| 3.1. Práce se sklem, korkem a pryží.....      | 35        |
| 3.1.1. Příprava skleněné tyčinky.....         | 36        |

|                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.1.2. Příprava skleněné kapiláry .....                                                       | 36 |
| 3.1.3. Ohýbání trubiček .....                                                                 | 37 |
| 3.1.4. Vrtání zátek.....                                                                      | 37 |
| 3.2. Kontrola správnosti objemu pipety .....                                                  | 38 |
| 3.3. Krystalizace.....                                                                        | 40 |
| 3.3.1. Čištění technické modré skalice krystalizací .....                                     | 41 |
| 3.3.2. Čištění kyseliny trihydrogenborité rušenou krystalizací .....                          | 42 |
| 3.3.3. Čištění modré skalice krystalizací srážením v roztoku .....                            | 43 |
| 3.4. Stanovení hustoty kapaliny .....                                                         | 44 |
| 3.4.1. Stanovení hustoty kapaliny hustoměrem.....                                             | 45 |
| 3.4.2. Stanovení hustoty kapaliny ponorným tělískem na Mohrových<br>vahách .....              | 45 |
| 3.5. Stanovení hustoty pevné látky .....                                                      | 46 |
| 3.5.1. Orientační stanovení hustoty pevné látky měřením jejího<br>objemu a hmotnosti .....    | 46 |
| 3.5.2. Stanovení hustoty pevné látky pyknometrickou metodou .....                             | 46 |
| 3.6. Stanovení teploty tání vzorku .....                                                      | 48 |
| 3.6.1. Stanovení teploty tání .....                                                           | 49 |
| 3.7. Termometrické stanovení stechiometrických poměrů reaktantů při<br>neutralizaci .....     | 50 |
| 3.8. Stanovení alkality pitné vody titrací a pH-metrem.....                                   | 52 |
| 3.8.1. Příprava odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové .....                               | 54 |
| 3.8.2. Stanovení přesné látkové koncentrace HCl.....                                          | 55 |
| 3.8.3. Stanovení alkality pitné vody titrací.....                                             | 56 |
| 3.8.4. Stanovení pH vody .....                                                                | 56 |
| 3.9. Porovnání vážkové, plynoměrné a titrační metody stanovení uhličitanu<br>vápenatého ..... | 57 |
| 3.10. Frakční destilace .....                                                                 | 60 |
| 3.10.1. Frakční destilace připravených vzorků .....                                           | 63 |



|                                                                                                                                          |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.11. Extrakce.....                                                                                                                      | 65        |
| 3.11.1. Přibližné stanovení rozdělovacího koeficientu .....                                                                              | 66        |
| 3.12. Chromatografie .....                                                                                                               | 68        |
| 3.12.1. Chromatografie na tenké vrstvě .....                                                                                             | 75        |
| 3.12.2. Separace iontů $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ a $\text{Co}^{2+}$ kruhovou papírovou chromatografií ..... | 76        |
| 3.13. Reakční kinetika.....                                                                                                              | 78        |
| 3.13.1. Vliv iontů železnatých a měďnatých na rychlost oxidace jodidu peroxodisíranem v přítomnosti thiosíranu.....                      | 78        |
| <b>Přílohy .....</b>                                                                                                                     | <b>81</b> |
| 1. Klasifikace nebezpečných chemických látek .....                                                                                       | 81        |
| 1.1. Zákonné normy.....                                                                                                                  | 81        |
| 1.2. Nebezpečné látky a přípravky .....                                                                                                  | 82        |
| 1.3. Přehled označení nebezpečnosti látky .....                                                                                          | 84        |
| 1.4. Standardní věty označující specifickou rizikovost.....                                                                              | 86        |
| 1.5. Standardní pokyny pro bezpečné nakládání .....                                                                                      | 91        |
| 1.6. Příklad klasifikace a označování nebezpečných chemických látek podle nařízení vlády ČR č. 25/1999 Sb.....                           | 94        |
| 1.7. Přehled klasifikace chemikálií používaných při cvičeních z laboratorní techniky .....                                               | 95        |
| 2. Tabulková část .....                                                                                                                  | 96        |
| Tabulka 1: Hustota vody za rozličných teplot.....                                                                                        | 96        |
| Tabulka 2: Hustota roztoků kyseliny octové (20 °C).....                                                                                  | 96        |
| Tabulka 3: Teplota varu vybraných rozpouštědel .....                                                                                     | 97        |
| Tabulka 4: Teploty tání vybraných látek.....                                                                                             | 97        |
| Tabulka 5: Rozpustnost vybraných anorganických sloučenin ve vodě ..                                                                      | 98        |
| <b>Seznam použité literatury .....</b>                                                                                                   | <b>99</b> |

## 1. Úvod

Cvičení z laboratorní techniky jsou zařazena ve studijním programu učitelství chemie pro základní i pro střední školy jako první praktická cvičení. Jedním z jejich cílů je proto i upevnění a rozšíření experimentální dovedností a znalostí osvojených při studiu chemie na střední škole.

Rozdílná hodinová dotace na jednotlivých typech středních škol, vnitřní diferenciacie studia podle zaměření tříd, odlišný počet disponibilních hodin věnovaných laboratorním cvičením z přírodovědných předmětů, ale i různý rozsah a obsah volitelných a nepovinných předmětů absolvovaných na střední škole, jsou příčinou značně rozdílné vstupní úrovně posluchačů.

Experimentální charakter chemie jako vědní disciplíny i jako vyučovacího předmětu vyžaduje bezpečné a jisté zvládnutí základních laboratorních technik a postupů. Cvičení z laboratorní techniky jsou koncipována tak, aby vedla k vyrovnání vstupních rozdílů a zároveň vytvořila předpoklady pro úspěšné absolvování dalších cvičení v průběhu studia: preparativních cvičení z anorganické chemie, cvičení z organické chemie, analytické chemie a biochemie. V celém systému cvičení se bude postupně zvyšovat náročnost laboratorních postupů a podíl přístrojové techniky. Specifikem učitelského studia chemie je samostatný předmět technika a didaktika školních pokusů, zařazený ve třetím a čtvrtém ročníku, který reflektuje praktické požadavky výuky chemie na školách.

Výběr úloh ve cvičení z laboratorní techniky a jejich časová náročnost odpovídají stávající formě tříhodinových cvičení s týdenní periodicitou.

Teoretický princip vychází většinou ze znalostí obecné chemie, u vybraných úloh je podrobněji uveden v návodu.

Texty jednotlivých úloh mají podobnou strukturu: zahrnují teoretický úvod, laboratorní pomůcky, chemikálie a pracovní postup uvedený ve formě chronologicky řazených dílčích kroků. Cílem je usnadnit orientaci v textu, vytvořit předpoklady pro přesné dodržení postupu i pro lepší pochopení probíhajících fyzikálních a chemických dějů.

Nezbytnou podmínkou splnění zadaných úkolů a efektivního absolvování cvičení je předběžná příprava zaměřená zejména na promyšlení jednotlivých kroků pracovního postupu, stechiometrické výpočty, osvojení principu úlohy a případné doplnění výchozích informací obsažených v tomto studijním textu.

Cvičení úzce navazují na předměty stechiometrie a toxikologie. V souvislosti s podstatnými legislativními úpravami je věnována značná pozornost problematice bezpečnosti práce v chemické laboratoři, laboratornímu řádu, vlivu chemických látek a přípravků na zdraví člověka a životní prostředí i pravidlům první pomoci. Osvojení a dodržování zásad bezpečnosti práce je základním předpokladem úspěšné laboratorní praxe.

Přejeme vám mnoho úspěchů při experimentální praxi.

Autoři

## 2. Práce v chemické laboratoři

Cvičení z laboratorní techniky jsou první praktická cvičení, která absolvujete v laboratoři. Jsou zaměřena na osvojení si základních operací a získání laboratorní zručnosti.

Práce v chemické laboratoři je spojena s určitým bezpečnostním rizikem daným charakterem a vlastnostmi používaných chemikálií, zvýšenou možností úrazu při experimentální práci, ale i subjektivními příčinami, zejména neznalostí podstaty a vhodných pracovních postupů uskutečňovaných operací.

Významnou součástí cvičení je tedy seznámení se zásadami bezpečnosti práce a první pomoci uvedenými v provozním řádu chemických laboratoří platném pro katedru chemie ZF JU (viz 2.1.) a v navazujícím laboratorním řádu (viz 2.2.).

Základním předpokladem úspěšné práce v laboratoři je důkladná teoretická příprava na cvičení a minimalizace rizika důsledným dodržováním pracovních návodů a zásad bezpečnosti práce.

### 2.1. Provozní řád v chemické laboratoři

Pracoviště: katedra chemie ZF JU České Budějovice

#### A. VŠEOBECNÉ POKYNY

- ❖ Laboratorní práce se smí provádět jen v laboratořích vybavených osobními ochrannými pracovními prostředky, hasebními prostředky, prostředky pro první pomoc, neutralizačními a asanačními prostředky odpovídajícími charakteru práce.
- ❖ Laboratorní nádobí se **nesmí používat** k ukládání potravin a nápojů, přísně zakázáno je z něho jíst a pít. Potraviny a nápoje nesmí být uloženy v chladničkách s chemikáliemi.
- ❖ Jíst, pít a kouřit se smí jen ve vyhrazených prostorách mimo laboratoř.
- ❖ Každá látka v laboratoři musí být označena: předepsaná označení musí mít látky výbušné, oxidující, extrémně hořlavé, vysoce hořlavé a hořlavé; látky vysoce toxické, toxické a zdraví škodlivé; dále látky žíravé, dráždivé, senzibilizující, karcinogenní, mutagenní, toxické pro reprodukci a látky nebezpečné pro životní prostředí. Při možném úniku škodlivin do ovzduší se musí zajistit jejich odsávání (digestoř).



- ❖ Při práci za sníženého tlaku nebo přetlaku musí být skleněná aparatura (vhodné zkontrolované nádoby!) umístěna v uzavřené digestoři nebo chráněna krytem (štítem z plexiskla nebo kovovou sítí), jen výjimečně vyhovuje štít na obličej, případně ochranné brýle.
- ❖ Olejové topné lázně se smí zahřívat jen pod teplotu vzplanutí oleje, při vniknutí vody se odstaví a olej se vymění.
- ❖ Zapálené kahany se **nesmí** nechat hořet bez dozoru. Při prošlehnutí plamene dovnitř nebo jeho „ulétnutí“ se musí kahan vypnout a znovu seřídít.
- ❖ Při nasazování skleněných trubiček a teploměrů do zátek apod. se ruce chrání rukavicemi nebo silným textilním materiálem. Trubičky musí být otaveny, namazány nebo navlhčeny. Poškozené přístroje, nářadí a nádobí se **nesmí** používat.

## **B. PRÁCE SE ŠKODLIVÝMI LÁTKAMI**

- ❖ Všechny práce se škodlivými látkami musí být zabezpečeny tak, aby nebyly překročeny nejvyšší přípustné koncentrace pro pracovní prostředí (NPK-P) a aby byl vyloučen přímý kontakt pracovníků s těmito látkami (použití osobních ochranných pracovních prostředků).
- ❖ Práce s látkami zvláště nebezpečnými pro lidské zdraví (viz příloha „Klasifikace nebezpečných chemických látek“ – zejména látky toxické R-věty: R 20 až 28, látky s žíravými účinky R-věty: R 38 až 41 a látky s dráždivými účinky R-věty: R 34 až 35) musí být omezeny na minimum při dostatečných opatřeních k ochraně zdraví a dodržení NPK-P a zajištění asanačních prostředků pro případ havárie.
- ❖ **Je zakázáno** nasávat jedy a žíraviny do pipet ústy (bezpečnostní pipety, dávkovače, nasávání vakuem).
- ❖ Žíraviny, jež s vodou reagují za vývoje tepla, je třeba rozpouštět či ředit po částech za stálého míchání a chlazení, žíravinu lijeme do vody, ne obráceně.
- ❖ Rozlité kyseliny se splachují vodou, případně neutralizují sodou a spláchnou vodou, rozlité zásady se splachují vodou. K likvidaci rozlité kyseliny dusičné a oxidačních směsí **se nesmí** použít piliny, textil a jiné organické materiály.
- ❖ Pro práci se rtutí platí oborová norma OPE 343689 (hladká plocha beze spár se zvýšeným okrajem, vaničky – misky mají být i pod přístroji se rtutí). Rtuť

je třeba uchovávat v uzavřených nádobách. V místnosti, kde se s ní často pracuje, je třeba intenzivně větrat. Rtuť se nesmí splachovat do odpadu. Kapky rozlité rtuti je třeba posypat práškovou sírou nebo práškovým zinkem. V prvním případě se tvoří sulfid, v druhém amalgám; oba produkty lze snadno mechanicky odstranit. Místo, kde byla rtuť rozlita, je vhodné posypat uhlím s obsahem jódu nebo sirným květem, a snížit tak parciální tlak par rtuti v ovzduší laboratoře.

## **C. PRÁCE SE STLAČENÝMI PLYNY**

### **Tlakové nádoby:**

- ❖ **nesmí** být umístěny v blízkosti tepelných zdrojů (minimální vzdálenost 3 m) a elektrických zásuvek;
- ❖ musí být zajištěny proti pádu, nejčastěji upevněny ke zdi kruhem;
- ❖ **nesmí** být přenášeny po schodech bez nosítek;
- ❖ při otevírání ventilů se zakazuje použití těžkých nástrojů a násilí;
- ❖ poškozené láhve a ventily se musí vyřadit z užívání;
- ❖ plyn z láhve smí být odebírán jen za použití redukčního ventilu;
- ❖ zbytkový přetlak u láhví určených k vrácení má být nejméně 0,1 MPa;
- ❖ v místnosti **nesmí** být umístěny více než dvě láhve se stejným plynem;
- ❖ každá místnost, ve které jsou umístěny tlakové láhve a plyny, musí být na dveřích označen barevnou tabulkou s názvem plynu;
- ❖ při požáru se z místnosti nejdříve vynášejí tlakové nádoby;

## **D. LIKVIDACE ODPADŮ**

- ❖ Likvidace jedů a jejich obalů se musí provádět výhradně postupy, které schválil příslušný orgán hygienické služby. Do výlevky lze vylévat pouze zbytky jedů mísitelné s vodou v množství neohrožujícím vodní toky; ve vodě rozpustná rozpouštědla do 0,5 litru, nejméně 10x zředěná; kyseliny a hydroxidy zředěné nejméně 30x.
- ❖ Do výlevky **nelze** vylévat rozpouštědla nemísící se s vodou, výbušné látky, koncentrované kyseliny, hydroxidy a jedy, ani sloučeniny uvolňující při styku s vodou, kyselinami či zásadami jedovaté nebo dráždivé látky.

- ❖ Odpadní rozpouštědla (neutralizovaná a bez samozápalných látek) se sbírají v označených nádobách (**ne** plastových!), jež se pravidelně vyprazdňují a jejich obsah zneškodňuje (zpravidla spálením).
- ❖ Do nádob na odpadky se **nesmí** dávat požárně nebezpečné látky.
- ❖ Střepy, ostré odpadky a snadno hořlavý odpad se ukládají do zvláštních nádob.

## E. UKLÁDÁNÍ CHEMIKálií

- ❖ Látky reagující se sklem se uchovávají v nádobách z plastů, vhodného kovu nebo ve vyparafinovaných láhvích. Látky podléhající rozkladu světlem se uchovávají v tmavých nebo neprůhledných nádobách.
- ❖ Alkalické kovy se uchovávají pod inertní vysokovroucí kapalinou (např. parafinovým olejem), bílý fosfor pod vodou.
- ❖ Samozápalné látky uložené ve skleněných nádobách se vloží do nerozbitného obalu tak, aby při rozbití skleněné nádoby látka zůstala pod ochrannou kapalinou.
- ❖ Látky zařazené mezi jedy musí být v laboratoři uloženy v uzamykatelné skříni.

## F. PRVNÍ POMOC PŘI ÚRAZECH A OTRAVÁCH V CHEMICKÉ LABORATOŘI

### ❖ **Otravy látkami toxickými a zdraví škodlivými**

Při otravách těmito látkami je třeba okamžitě přerušit působení toxické látky, zastavit případné krvácení a kontrolovat celkový stav postiženého.

#### Při bezvědomí

nikdy nic nepodávat ústy, nesnažit se vyvolat zvracení ani při lehkých stupních bezvědomí,

při dostatečném dýchání uložit postiženého do stabilizované polohy **pod stálým dozorem**,

okamžitě přivolat zdravotnickou pomoc, případně zajistit převoz do zdravotnického zařízení,

#### Při vědomí

postiženého uklidnit, dopravit na čerstvý vzduch,

zředit obsah žaludku vodou nebo vodou s živočišným uhlím (Carbo adsorbens),

nepodávat alkohol, černou kávu ani mléko,

zvracení je účelné vyvolat nejdéle do 4 hodin po požití toxické látky  
**nesmíme** je vyvolat po požití kyselin a zásad, benzinu, petroleje, při křečích a celkově špatném zdravotním stavu.

#### ❖ Poleptání žíravinou nebo dráždivou látkou

Kůže:

odstranit potřísněný oděv, nepoškodit poraněnou pokožku, postižené místo vydatně a dlouhou dobu (asi 0,5 hodiny) oplachovat vodou.

Při poleptání kyselinou lze opláchnout slabým roztokem hydrogenuhličitanu sodného nebo sody, opatrně omýt mýdlovou vodou. Po poskytnutí první pomoci zajistit konzultaci s lékařem.

Při poleptání zásadou omýt slabým roztokem octa či kyseliny citronové. Po poskytnutí první pomoci zajistit konzultaci s lékařem.

Trávicí ústrojí:

nevyvolávat násilné zvracení,

uklidnit a ponechat v poloze, která postiženému nejlépe vyhovuje.

Po požití kyseliny podat po jednotlivých doušcích sklenici vody obsahující jednu až dvě lžičky jedlé sody. Po poskytnutí první pomoci okamžitě přivolat zdravotnickou pomoc nebo zajistit převoz do nemocnice (pod dohledem), kam je **nutné** přinést vzorek požití látky!

Po požití alkalických látek podat citrónovou šťávu nebo vodu s octem. Po poskytnutí první pomoci okamžitě přivolat zdravotnickou pomoc nebo zajistit převoz do nemocnice (pod dohledem), kam je **nutné** přinést vzorek požití látky!

#### ❖ Poranění oka

Při vniknutí cizího tělíska přiložit krycí obvaz a postiženého odeslat k odbornému vyšetření; tělísko, které vniklo do rohovky nikdy neodstraňovat.

Při poleptání rychle zahájit výplach oka vodou nebo fyziologickým roztokem, pokračovat do doby než se dostaví lékař (na rychlém zásahu často závisí zachování zraku);

**nikdy neprovádět** neutralizaci zásad nebo kyselin, které způsobily poleptání oka.

#### ❖ Popáleniny

Zastavit působení tepla (čím kratší působení, tím menší je poškození pokožky), zachovat co největší čistotu, nedotýkat se popálené plochy rukama, co nejrychleji ochladit zasažená místa čistou proudící vodou nebo přiložit kousky ledu na čisté plastové fólii,



chránit popálené plochy před infekcí sterilním obvazem, čistým ručníkem apod.,  
nikdy nestrhávat přiškvařený oděv, nedávat zásypy ani masti,  
tekutiny (čaj, minerální vodu) podávat jen v omezeném množství, nikdy nepodávat alkoholické nápoje ani černou kávu  
přivolat lékařskou pomoc, případně zajistit převoz postiženého do nemocnice.

#### ❖ Úrazy způsobené elektrickým proudem

Odpojit elektrický proud buď vypnutím (vypínač, pojistky, zásuvkové vidlice) nebo odsunutím vodiče (**suchým** dřevem, provazem či dalšími **nevodivými** předměty),  
vyžaduje-li to stav postiženého, zahájit **ihned** umělé dýchání,  
při nehmátném pulsu zahájit masáž srdce,  
okamžitě přivolat lékaře, zajistit převoz do nemocnice,  
nezdržovat se ošetřováním popálenin .

## 2.2. Laboratorní řád

- Tašky a svrchní oděv si odkládejte na určeném místě. Do laboratoře sebou vezměte pouze nezbytně nutné pomůcky.
- Během pobytu v laboratoři noste neustále zapnutý laboratorní plášť.
- Před započatím práce prohlédněte své pracoviště a ohlaste vyučujícímu případné závady.
- Na pracovním stole a u společných zařízení (váhy, sušárny, digestoře) udržujte pořádek. Před odchodem z laboratoře je třeba své pracoviště uklidit, uzavřít vodovodní a plynové kohoutky, vypnout elektrické spotřebiče.
- Dbejte všech pokynů vyučujícího. Máte-li nějaké pochybnosti o provádění zadané práce, poraďte se s vyučujícím.
- Před započatím práce se důkladně seznámte s jejím postupem, s prováděnou chemickou reakcí a vlastnostmi všech používaných a připravovaných chemikálií. Zvláštní pozornost věnujte práci s jedy.
- Ihned hlase vyučujícímu všechna poranění a nehody.
- Do odpadních košů neházejte vznětlivé látky a neuhašené zápalky.
- Po ukončení práce lze z laboratoře odejít jen se souhlasem vyučujícího.

## 2.3. Protokol

O průběhu a výsledcích cvičení ved'te písemný záznam tzv. protokol. Z časových důvodů není možné protokol vypracovávat v průběhu cvičení, proto si během cvičení ved'te pouze podrobné pracovní poznámky. Vlastní protokol odevzdávejte ihned při následujícím cvičení vypracovaný vlastní rukou nebo na počítači dle možností posluchače. Protokoly vypracovávejte na volné listy.

### Požadavky na vypracování protokolů

- protokoly vypracovávejte na samostatné listy, dbejte na úpravu a přehlednost protokolu;
- **hlavička protokolu:** jméno, ročník, aprobace – obor - skupina, datum, název a číslo laboratorní práce;
- zapisujte princip práce, podstatu pokusu, použité chemikálie a jejich koncentraci, stručně postup, výsledky a závěr;
- **výpočty:** vzorce, dosazení do vzorce, výsledky, jednotky, odpověď;
- **grafy:** každý graf zvlášť, vhodně zvolená velikost grafu, popis os, jednotky, vhodně zvolené měřítko tak, aby jednotlivé body křivky byly rozloženy po celé ploše grafu;
- **tabulky:** označení sloupců, jednotky;
- **obrázky:** nákres aparatury – velikost (nejméně 1/3 stránky);

## 2.4. CHEMICKÉ NÁDOBÍ A POMŮCKY

### Sklo

V chemické laboratoři je sklo díky příznivým chemickým, fyzikálním a optickým vlastnostem nejpoužívanějším materiálem. Ze skla se zhotovuje laboratorní nádobí a mnohé přístroje. Chemická odolnost skel se hodnotí podle úbytku hmotnosti vzorku skleněné drti při hydrolytické zkoušce provedené postupem podle příslušné normy.

Chemické sklo je odolnější vůči kyselinám než vůči zásadám, z nichž je nejagresivnější hydroxid sodný. Z kyselin je velmi agresivní kyselina fluorovodíková a za horka kyselina trihydrogenfosforečná.

Nevýhodou skla je jeho nízká odolnost vůči nárazu a porušení povrchu (poškrábání).

Základní surovinou pro výrobu skla je oxid křemičitý – sklářský křemenný písek. Podle přísad rozeznáváme mnoho druhů skel.

Běžná laboratorní skla můžeme rozdělit do dvou skupin:

- a) **borosilikátová skla** s malým teplotním součinitelem roztažnosti, snášející náhlé změny teploty, nádobí z něho zhotovené lze zahřívat nad plamenem (české výrobky SIMAX, americké PYREX a německé RASOTHERM);
- b) **měkká draselno-sodno-vápenatá skla** se používají na součásti, které nejsou vystaveny tepelnému namáhání; tyto druhy skla vynikají čírostí a dobrými optickými vlastnostmi (kolorimetrické nádoby, odměrné baňky apod.); měkké sklo měkne a taje při nižší teplotě než skla typu SIMAX; není teplotně odolné a jen tenkostěnné nádoby, jako jsou zkumavky, z něho vyrobené lze zahřívat nad plamenem; z měkkého skla se zhotovují i běžné skleněné trubice, které se pak mohou tvarově zpracovávat s použitím dostupných kahanů.

Specifické použití má sklo křemenné, které se vyznačuje vysokou tepelnou i chemickou odolností; je však velice křehké a používá se ke zhotovení speciálních nádob a zařízení, např. kyvet pro spektroskopii.

Při zahřívání chemického skla je třeba dodržovat tyto pokyny:

1. **Silnostěnné nádoby** (odměrné válce, zásobní láhve, prachovnice apod.), ale i některé tenkostěnné předměty (pyknometry apod.) nezahříváme a sušíme je tak, že je po opláchnutí lihem necháme okapat a oschnout při laboratorní teplotě.

2. **Varné sklo tenkostěnné** (kádinky, baňky apod.) na síťce s keramickou vložkou. Nádoby nikdy nezahříváme prázdné ani je nestavíme na předem rozžhavenou síťku. Pro zahřívání baněk a destilačních aparatur se dnes používají prakticky výhradně elektrická topná hnízda. Tenkostěnné zkumavky lze opatrně zahřívat přímo nad plamenem. Musíme však přitom dbát na to, aby ústí zku-



mavky bylo odvráceno od jiných osob a abychom zahřívali rovnoměrně celý obsah zkumavky.

3. Nikdy nezahříváme varné sklo, které má praskliny nebo je jinak poškozené. Mechanické poškození může být zdrojem trhlin při pozdějším zahřívání.

## **Porcelán**

Vedle chemického skla se v laboratoři používají i porcelánové předměty. Jsou vyrobeny z tzv. “tvrdého” porcelánu. Tyto předměty lze zahřívát i nad 1000 °C. Na rozdíl od chemického skla snáší porcelán po předchozím vyhřátí i žíhání přímým plamenem. Zahřívání však snáší jen tenkostěnné materiály, silnostěnné nikoliv. Odolnost proti mechanickému namáhání je u porcelánu větší než u skla.

## **Čištění skla a porcelánu**

Sklo a porcelán čistíme ihned po ukončení práce. Na vymytí použijeme vodu se saponátem a důkladně opláchneme vodou. Pokud na stěně nádoby zůstaly nečistoty, použijeme na vyčištění kartáče. Jestliže nepomůže mechanické čištění, je třeba použít chemické čištění. To však konzultujte předem s vedoucím cvičení nebo s laborantem.

## **Rozdělení skla podle účelu:**

### **2.4.1. Varné sklo**

- a) **kádinky** – mají rovné dno a na horním okraji vylévací hubičku, rozdělujeme je podle tvaru nebo podle síly stěny;
- b) **baňky** – dělíme je podle tvaru dna a podle šířky hrdla, dno mohou mít rovné (baňky titrační) nebo kulaté (baňky pro destilaci a pro práci za sníženého tlaku), Claisenova baňka má ještě postranní tubus na umístění teploměru;
- c) **zkumavky** – reagenční se používají k přímému ohřívání malých množství kapalin a k provádění orientačních analytických reakcí;
- d) **chladiče** – slouží ke kondenzaci par, dělí se podle tvaru, délky a použitého chladicího média;
- e) **alonž** – součást destilační aparatury;
- f) **U-trubice** – využívají se např. při elektrolýze roztoků, reakcích plynů s pevnými látkami;

### 2.4.2. Technické sklo

- a) **dělicí nálevky** – slouží k dělení dvou nemísitelných kapalin, dávkování kapalin do aparatury nebo pro přípravu plynů;
- b) **stříčky** – skleněné nebo dnes více používané polyethylenové, slouží pro přípravu roztoků a vymývání nádobí, skleněné stříčky lze plnit i horkou vodou;
- c) **promývací baňky** – slouží k jímání a sušení plynů, pro reakce plynů s kapalinami;
- d) **odsávací baňky** – používají se pro filtraci za sníženého tlaku;
- e) **nálevky** – používají se pro filtraci za normálního tlaku, k přelévání kapalin, pro urychlení filtrace se používají silnostěnné nálevky s žebrovaným vnitřním povrchem a velmi úzkým stonkem. Nálevce je tvarem podobná násypka určená k vpravování pevných látek do baňek. Zvláštním typem je tzv. **Büchnerova nálevka**, která je vyrobena z porcelánu a má dírkované dno, slouží k filtraci za sníženého tlaku. V současné době přejímají její funkci tzv. **frity** – skleněné nálevky podobného tvaru, které mají dno ze sintrovaného skla;
- f) **exsikátory** – jsou silnostěnné dvoudílné nádoby se zabroušeným víkem, kterých se používá k vysoušení preparátů nebo k přechovávání hygroskopických látek. Zesílení účinku je možno dosáhnout snížením tlaku v exsikátoru. Exsikátor upravený k tomuto účelu označujeme jako exsikátor vakuový. Spodní prostor exsikátoru obsahuje náplň a bývá oddělen perforovanou porcelánovou vložkou od horní části, kam vkládáme vysoušený materiál. Jako náplně do exsikátoru se používají látky, které udržují v prostředí nízkou tensi vodní páry;
- g) **zásobní láhve** – se dělí podle šířky hrdla na reagenční láhve, ve kterých přechováváme kapaliny, a na širokohrdlé tzv. prachovnice, ve kterých přechováváme pevné látky. K přechovávání malých množství pevných látek pak slouží tzv. lékovky.

Láhve mohou být také vícehrdlé. **Trojhrdlá tzv. láhev podle Woulfa** bývá zařazována před vodní vývěvu jako pojistná nádoba, láhve s kohoutem u dna se používají jako zásobní láhve na vodu a ethanol;
- h) **krycí skla (tzv. hodinová)** – slouží k přikrývání nádob a k sušení, vážení a přenášení vzorků pevných látek. Pro analogické účely se používají i dvoudílné **Petriho misky**;

### 2.4.3. Odměrné sklo

- a) **odměrné válce** – slouží k orientačnímu odměřování objemu kapalin;
- b) **odměrné baňky** – jsou vhodné k přípravě roztoků dané koncentrace a k ředění kapalin na určitý objem;



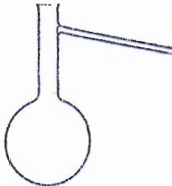
- c) **pipety** – dělené a nedělené, jsou určeny k přesnému odměření malých objemů kapalin;
- d) **byrety** – se používají při titračních stanoveních;

#### 2.4.4. Porcelánové nádoby

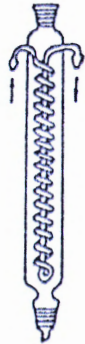
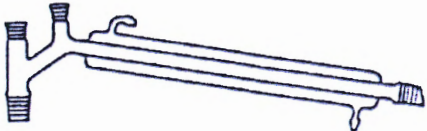
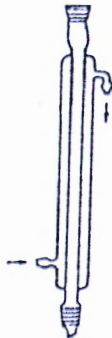
- a) **odpařovací misky** – používají se k zahušťování roztoků a ke krystalizaci. Nejsou vhodné pro přímé zahřívání plamenem, proto je třeba používat vodní lázeň;
- b) **žihací kelímky s víčkem** - jsou jediným porcelánovým nádobím, které snáší přímé zahřívání v plameni;
- c) **třecí misky s tloučkem** – slouží k drcení a roztírání pevných látek, vnitřní stěna misky a povrch tloučku jsou zdrsňeny;

#### 2.4.5. Laboratorní pomůcky

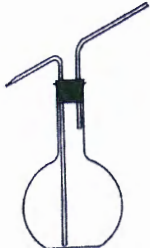
- a) **stojan**
  - b) **držák a svorka**
  - c) **kruh**
  - d) **trojnožka**
- } jsou vhodné k sestavování a upevňování jednotlivých částí aparatury;
- e) **sítka s keramickou vložkou** – je součástí aparatury při zahřívání skleněných a porcelánových nádob;
  - f) **trojhran** – je určen k zahřívání porcelánových kelímků;
  - g) **chemické kleště** – usnadňují přenášení nádobí a chemikálií;
  - h) **držák na zkumavky** – je potřebný při zahřívání látek ve zkumavkách;
  - i) **lžička na chemikálie** – k nabírání pevných látek;
  - j) **kahan** – využívají se k zahřívání (typy kahanů viz str. 25)

| <b>Obr. 1 Chemické sklo</b>             |                                                                                       |
|-----------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>1. Varné sklo</b>                    |                                                                                       |
| <b>a) kádinky</b>                       |                                                                                       |
| kádinka nízká                           |    |
| kádinka podle Phillipse                 |    |
| kádinka vysoká                          |    |
| <b>b) baňky</b>                         |                                                                                       |
| baňka Erlenmeyerova<br>(baňka kuželová) |   |
| baňka frakční s odvodní trubicí dole    |  |
| baňka sublimační                        |  |
| baňka titrační                          |  |
| baňka varná s kulatým dnem              |  |

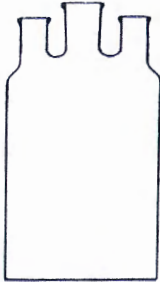
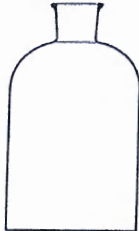
|                                             |                                                                                       |
|---------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| baňka varná s plochým dnem                  |    |
| zábrusová baňka destilační s dlouhým hrdlem |    |
| zábrusová baňka destilační s krátkým hrdlem |    |
| zábrusová baňka trojhrdlá                   |    |
| zábrusová varná baňka s plochým dnem        |   |
| <b>c) zkumavky</b>                          |                                                                                       |
| zkumavka                                    |  |
| zkumavka odsávací                           |  |
| zkumavka těžkotavitelná                     |  |
| <b>d) chladiče</b>                          |                                                                                       |
| chladič kuličkový (Allihnův)                |  |

|                               |                                                                                       |
|-------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| chladič spirálový (Dimrothův) |    |
| chladič Claisenův             |     |
| chladič přímý (Liebigův)      |   |
| chladič vzdušný               |  |
| <b>e) alonž</b>               |                                                                                       |
| alonž                         |  |
| <b>f) U-trubice</b>           |                                                                                       |
| U-trubice                     |  |

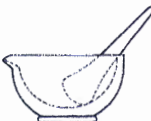


| 2. Sklo technické         |                                                                                       |
|---------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>a) dělicí nálevky</b>  |                                                                                       |
| dělicí nálevka hruškovitá |    |
| dělicí nálevka kulovitá   |    |
| dělicí nálevka válcová    |   |
| <b>b) stříčky</b>         |                                                                                       |
| stříčka z plastické hmoty |  |
| stříčka skleněná          |  |
| <b>c) promývací baňka</b> |                                                                                       |
| promývací baňka           |  |

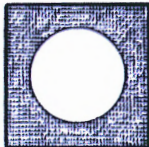
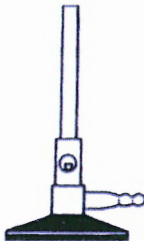
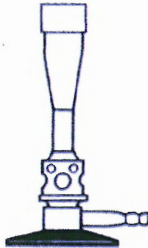
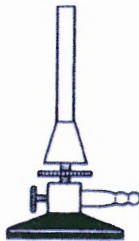
|                                        |  |
|----------------------------------------|--|
| <b>d) odsávací baňka</b>               |  |
| odsávací baňka                         |  |
| <b>e) nálevky</b>                      |  |
| nálevka                                |  |
| nálevka Büchnerova                     |  |
| <b>f) exsikátory</b>                   |  |
| exsikátor podle Fresenia               |  |
| exsikátor podle Scheiblera             |  |
| exsikátor vakuový                      |  |
| <b>g) zásobní láhve</b>                |  |
| zásobní láhev s hrdlem a tubusem u dna |  |

|                                                                 |                                                                                       |
|-----------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| zásobní láhev se třemi hrdly nahoře                             |    |
| zásobní láhev širokohrdlá se zabroušenou zátkou (prachovnice)   |    |
| zásobní láhev úzkohrdlá bez zátky                               |   |
| zásobní láhev úzkohrdlá se zabroušenou zátkou (reagenční láhev) |  |
| <b>h) krycí skla</b>                                            |                                                                                       |
| hodinové sklo                                                   |   |
| Petriho miska                                                   |  |
| <b>3. Odměrné sklo</b>                                          |                                                                                       |
| <b>a) odměrné válce</b>                                         |                                                                                       |
| odměrný válec                                                   |  |

|                          |                                                                                       |
|--------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>b) odměrné baňky</b>  |                                                                                       |
| odměrná baňka            |    |
| <b>c) pipety</b>         |                                                                                       |
| pipeta nedělená          |    |
| pipeta dělená            |  |
| <b>d) byrety</b>         |                                                                                       |
| byreta s rovným kohoutem |  |

|                               |                                                                                       |
|-------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| byreta s postranním kohoutem  |    |
| <b>4. porcelánové nádobí</b>  |                                                                                       |
| a) odpařovací miska           |    |
| b) kelímek s víčkem           |    |
| c) třecí miska s tloučkem     |    |
| <b>5. laboratorní pomůcky</b> |                                                                                       |
| a) stojan                     |  |
| b) držák a svorka             |                                                                                       |
| držák                         |   |
| svorka                        |  |
| c) železný kruh               |  |
| d) trojnožka                  |  |



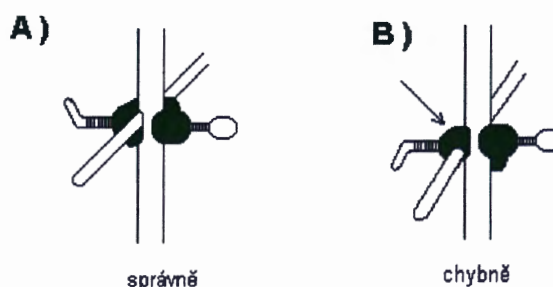
|                               |                                                                                       |
|-------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| e) síťka s keramickou vložkou |    |
| f) trojhran                   |    |
| g) chemické kleště            |    |
| h) držák na zkumavky          |    |
| i) lžička na chemikálie       |    |
| j) kahany                     |                                                                                       |
| kahan Bunsenův                |   |
| kahan lihový                  |  |
| kahan Mékerův                 |  |
| kahan Tecluho                 |  |

## 2.5. Základní práce v laboratoři

### 2.5.1. Sestavení aparatury

Jednotlivé díly aparatury spojujeme pomocí kruhů, svorek a držáků a upevňujeme je na kovové stojany. Správný způsob použití držáků a svorek – viz obr. 2. Držáky a svorky se nesmí kovovou částí dotýkat skla, proto jsou vyloženy korkem nebo obaleny pryžovou hadicí.

Při sestavování aparatur dáváme pozor na to, aby nenašlo v aparatuře pnutí, které by při zahřátí mohlo vést k prasknutí skla.



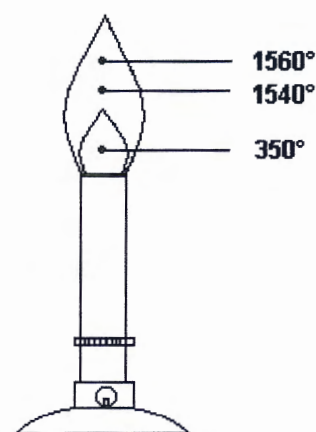
Obr. 2 Připevnění kruhu nebo držáku ke stojanu svorkou

### 2.5.2. Zahřívání

Pro zahřívání v laboratoři používáme několik druhů kahanů – Bunsenův, Tecluho a Meckerův, které se liší způsobem přívodu vzduchu do kahanu. S tím souvisí i rozložení teplot v plameni. Dnes se často používají tzv. topná hnízda, zejména při zahřívání destilačních baněk.

Při zapalování kahanu je třeba dodržet správný postup: přívod vzduchu musí být uzavřen, otevře se teprve po zapálení plamene. Nejprve získáme tzv. **svítivý plamen**, po otevření přívodu vzduchu **plamen nesvítivý**, který má vyšší teplotu. Nejvyšší teplota je asi 1 cm nad špičkou modrého kužele na vnější, oxidační části plamene – viz obr.3.

Pokud bychom kahan zapalovali při otevřeném přívodu vzduchu, mohlo by dojít k tzv. „hoření uvnitř kahanu“, které poznáme podle zvláštního syčivého zvuku a zeleného zbarvení plamene. Nebezpečí spočívá v tom, že při delším „hoření uvnitř“ dochází k silnému zahřátí kahanu, které by mohlo způsobit vznícení přívodní hadice. Pokud kahan začne „hořet uvnitř“, je třeba ho okamžitě vypnout a po vychladnutí opět zapálit správným způsobem. Někdy může plamen vskočit „dovnitř“ i při dodržení

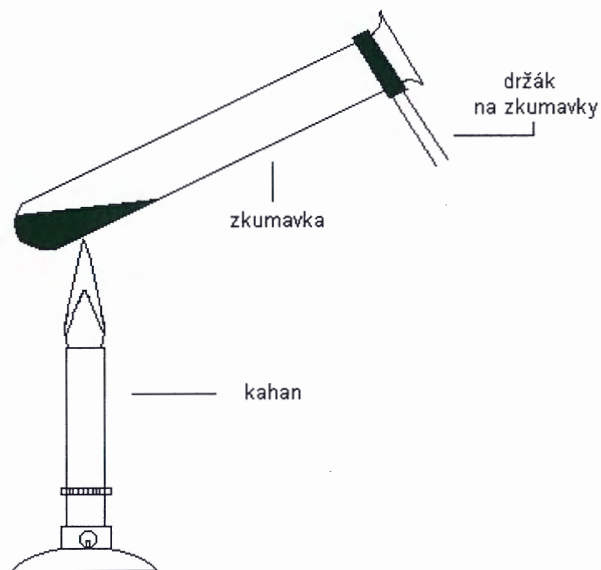


Obr. 3 Rozložení teplot v plameni Bunsenova kahanu

správného postupu zapalování kahanu. Většinou se to stane, pokud je slabý přívod plynu.

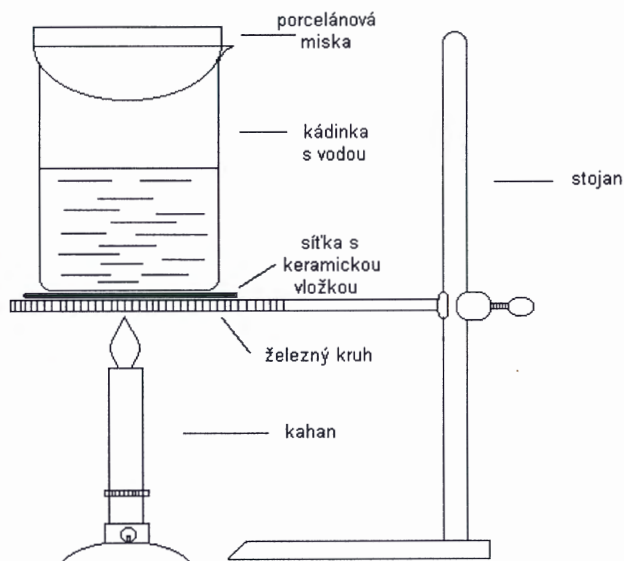
K zahřívání používáme pouze sklo, které je k tomu uzpůsobeno. Přímou v plameni zahříváme pouze zkumavky, porcelánové kelímky a skleněné bodotávky. Při zahřívání nádob vkládáme mezi nádobu a plamen síťku s keramickou vložkou umístěnou na železném kruhu nebo na trojnožce.

Při zahřívání zkumavek v držáku na zkumavky nad přímým plamenem dodržujeme zásady bezpečnosti práce - na nikoho nemíříme ústím zkumavky, zkumavku zahříváme nakloněnou tak, aby se rovnoměrně prohříval celý její obsah a nedošlo k náhlému vystříknutí obsahu zkumavky. Zkumavku plníme kapalinou maximálně do 1/3 objemu – viz obr. 4.



**Obr. 4 Správný postup při zahřívání zkumavky**

K zahřívání vodných roztoků ke krystalizaci jsou nejvhodnější porcelánové misky. Ty ale nemůžeme zahřívát přímo na síťce a je třeba použít vodní lázně. Improvizovanou vodní lázeň lze sestavit podle obr. 5:



**Obr. 5 Improvizovaná vodní lázeň**



### 2.5.3. Chlazení

Nejjednodušším prostředkem je studená voda, do které se nádoba ponoří, nebo chladíme proudem studené vody z vodovodu. Je však nutné používat pouze tenkostěnné nádoby, které snáší dobře změny teplot.

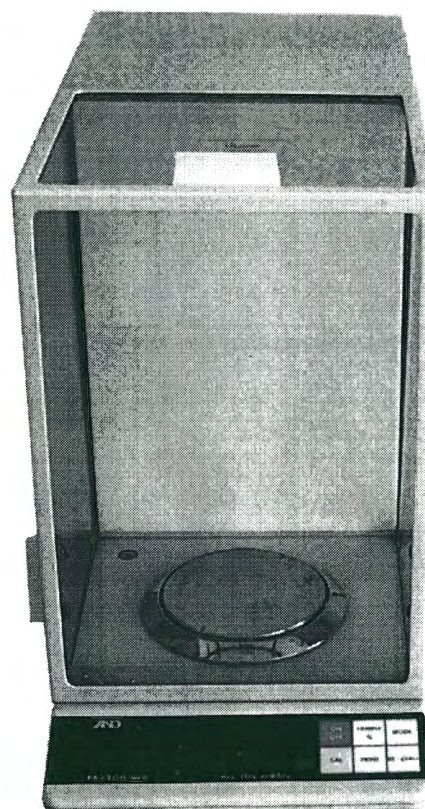
### 2.5.4. Vážení

Vážení se provádí na vahách. Jeho princip spočívá ve srovnávání hmotnosti neznámého předmětu se známou hmotností standardu – závaží. Tento princip je dobře patrný na starších typech vah. Dnes se již v laboratoři většinou používají váhy elektronické.

V běžné chemické laboratoři se setkáme se dvěma typy vah, které se od sebe liší přesností. Jsou to tzv. předvážky na kterých lze vážit v rozmezí do 100 g až několika kg s citlivostí 0,1g a dále analytické váhy, které váží obvykle do 100 g s citlivostí 0,0001 g – viz obr. 6.

Aby váhy dobře sloužily svému účelu, mají být umístěny na bezprašném místě, které je chráněno proti otřesům, výkyvům teploty a účinku látek, které by je mohly poškodit. Při vlastním vážení je třeba dbát na co nejvyšší čistotu. K navažování pevných látek používáme navažovací lodičky nebo hodinová skla. Navažovanou látku nikdy nepokládáme přímo na misky vah. K vážení látek dýmových nebo látek pohlcujících vzdušnou vlhkost používáme tzv. váženky. Při vysokých požadavcích na přesnost vážení nebereme nádobku, do které látku navažujeme, do rukou, ale k tomuto účelu použijeme čisté kelímkové kleště.

Při vážení na starších dvoumiskových technických vahách pokládáme vážený předmět vždy na levou misku, protizávaží na pravou. Vážený předmět i závaží pokládáme na misku vždy v zaaretované poloze.



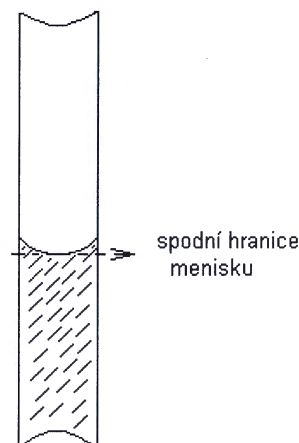
Obr. 6 Analytické váhy

### 2.5.5. Měření objemu kapalin

K odměřování objemu kapalin se používají odměrné válce, pipety, byrety a odměrné baňky, které se od sebe liší přesností.

Jsou kalibrovány na objem za dané teploty (zpravidla 20 °C, u staršího odměrného skla na 18 °C) na dolití (např. odměrné baňky) nebo vylití (pipety, byrety).

V prvním případě, kdy je nádoba označena IN, je přesný objem v nádobě naplněné právě k rysce. V druhém případě, kdy je nádoba označena EX, má kapalina uvedený objem po vypuštění z odměrné nádoby.



Při odměřování kapalin je nutné dodržovat následující zásady:

- Používáme pouze čisté a suché odměrné nádoby.
- Nádoba musí stát kolmo na vodorovné podložce.
- Při odečítání musí být oko ve stejné rovině jako hladina menisku. Pokud kapalina **smáčí stěny nádoby** (např. voda, ethanol ve skleněných nádobách a kapilárách), vytváří dutý povrch – hladina kapaliny je u stěny vyšší, v kapiláře se v důsledku elevace vytvoří dutý vrchlík. V tomto případě se při správném měření objemu musí být spodní hranice menisku kapaliny s ryskou (viz obr. 7). Kapaliny, které **nesmáčí stěny nádoby** (např. rtuť ve skleněných nádobách a kapilárách), vytváří vypukle zakřivený povrch – hladina kapaliny je u stěny nižší, v kapiláře se v důsledku kapilární deprese vytvoří vypuklý vrchlík. Při měření objemu těchto kapalin musí být s ryskou horní hranice menisku kapaliny.

Obr. 7 Odečítání objemu kapalin

Odměrné válce slouží pouze k přibližnému odměřování kapalin.

Pipety slouží k přesnému odměřování kapalin, jsou to nádoby kalibrované na „vylití“ (EX). Nikdy je nevyfukujeme, neboť jsou kalibrovány na objem volně vyteklé kapaliny. Kapalina se do pipety nasává pipetovacími nástavci či balónky. Zvolna se odpustí tolik kapaliny, aby byla spodní hranice menisku na rysce (pokud kapalina smáčí stěny nádoby). K odměření malého množství kapaliny se dnes již velice často používají tzv. automatické pipety.

Byrety slouží k odměřování různých objemů při titracích. Před použitím je nutné zkontrolovat, zda kohout byrety těsní a zda s ním lze volně otáčet, pokud ne, je zapotřebí kohout promazat.

Odměrné baňky slouží zejména k přípravě přesného objemu roztoku dané koncentrace. Poslední část rozpouštědla přidáváme opatrně ze stříčky. Promíchání roztoku provedeme po uzavření baňky zátkou opakovaným převrácením baňky, zátku je třeba neustále přidržovat palcem.



### **2.5.6. Příprava roztoků**

Příprava roztoků se nejčastěji provádí rozpouštěním pevné látky v rozpouštědle nebo kapaliny v kapalině (např. ředění kyselin).

Pro běžné práce stačí chemikálie navážit na předvážkách a vodu odměřit v odměrném válci. Pro analytické účely je nutné vážit na analytických vahách, pevnou látku nejdříve rozpustit v malém množství rozpouštědla v kádince, převést ji do odměrné baňky, kádinku vypláchnout rozpouštědlem a obsah opět převést do odměrné baňky, poté odměrnou baňku vytemperovat na danou teplotu a doplnit po rysku rozpouštědlem.

Při ředění vždy přidáváme do vody kyselinu nebo zásadu, a to po malých dávkách za neustálého míchání. Při opačném postupu by mohlo dojít k přehřátí kapaliny a jejímu vystříknutí z nádoby, protože tyto reakce jsou silně exotermní.

### **2.5.7. Sušení**

Sušení látek můžeme provádět v exsikátoru nebo v sušárně. Vhodný způsob vybereme podle vlastností látek.

Exsikátory jsou silnostěnné skleněné nádoby se zabroušeným víkem, které mají jako náplň silně hygroskopickou látku. Nejčastěji se jako sušivo používá silikagel nebo bezvodý chlorid vápenatý.

Silikagel je částečně vysušený a změněný gel kyseliny křemičité, jako indikátor vlhkosti se obvykle přidává chlorid kobaltnatý, který je v bezvodé formě tmavě modrý, zatímco zvlhlý je růžový. Silikagel se regeneruje vysoušením v sušárně.

Chlorid vápenatý je dostupný a levný, pro udržení velkého povrchu se používá drobně kusový, regeneruje se tavením, je nevhodný pro amoniak a halogenovodíky.

### **2.5.8. Dělení směsí**

Nejčastěji oddělujeme směs pevné látky a kapaliny.

Oddělení pevné fáze od kapalné můžeme v laboratoři provést několika způsoby např. filtrací, dekantací (= usazování), odstředováním, krystalizací. Vhodný způsob vybíráme podle vlastností látek, které chceme oddělit.

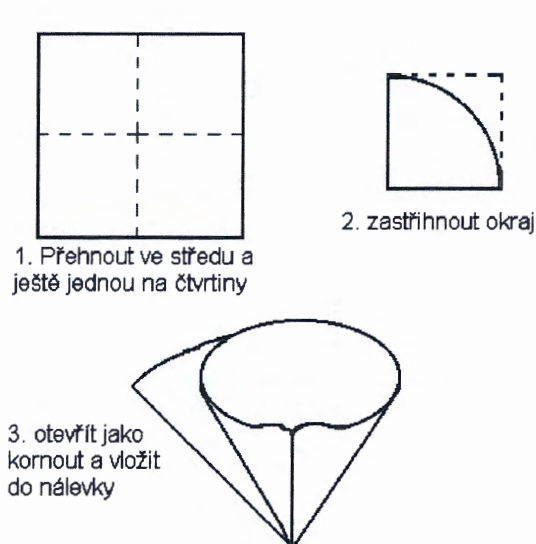
### 2.5.8.1. FILTRACE

Filtrace je pochod, při kterém se odděluje kapalná fáze od fáze tuhé pomocí filtračního materiálu.

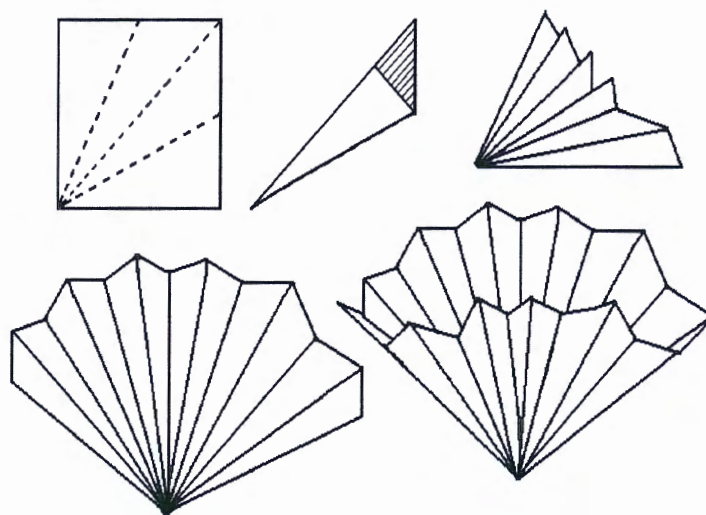
Kapalina prochází filtračním prostředím, zatímco částice tuhé látky, které mají větší průměr než je průměr pórů filtračního prostředí, jsou jím zachycovány. Filtrační materiál je určován chemickým charakterem suspence, velikostí částic, atd. Jako filtrační materiály se používají: papír, pórovité sklo, pórovitý křemen, pórovitý porcelán, čistý křemičitý písek, jemně rozemletý grafit, koks, vlněné a bavlněné tkaniny apod.

Rychlost filtrace je závislá na velikosti částic filtrované látky, velikosti pórů, teplotě filtrovaného roztoku a tlaku.

V laboratoři se nejčastěji provádí filtrace filtračním papírem, vloženým do filtrační nálevky. Čtverec filtračního papíru odpovídající velikosti se přeloží nejprve na poloviny, pak na čtvrtinu a volné okraje se sestříhnou do čtvrtkruhového výseku. Rozevřením takto upraveného papíru vznikne kužel, který vložíme do filtrační nálevky. Rychleji filtruje tzv. skládaný filtrační papír, který má větší styčnou plochu s filtrovanou směsí. Výsek připravený výše popsaným způsobem, rozložíme a vějířovitě skládáme od středu k obvodu. Okraj filtračního papíru má být ve výšce asi 1 cm pod okrajem nálevky. Příprava filtru je znázorněna na obr. 8 a 9.



**Obr. 8 Příprava hladkého filtru**



**Obr. 9 Příprava skládaného filtru**

Nálevku s filtrem vkládáme do kruhu, upevněného na železném stojanu. Nádobu na zachycení filtrátu umístíme tak, aby se stonek nálevky dotýkal stěny nádoby. Filtrační papír navlhčíme destilovanou vodou, suspensi

vléváme na filtr opatrně po tyčince, kterou ve vhodném úhlu přiblížíme ke stěně filtru (obr. 10).

Dbáme na to, aby suspenze dosahovala nejvýše 0,5 cm pod okraj filtru.

Filtrační papír se nehodí k filtraci silně kyselých, alkalických nebo silně oxidujících roztoků.

Pro analytické účely se dodávají filtrační papíry s různou velikostí pórů. Filtr s většími póry se používá k filtraci hrubých sraženin, filtrace probíhá rychle. Filtr s jemnými póry propouští filtrát pomalu, slouží k filtraci jemných sraženin.

U nás nejčastěji používané filtrační papíry značky Filtrak se dodávají ve 3 typech:

388 (s červeným popisem na obalu) – řídký, měkký, s velkými póry, rychle filtrující, vhodný pro filtraci hrubých sraženin;

389 (se žlutým popisem) – se středně velkými póry, středně rychle filtrující, vhodný pro krystalické sraženiny;

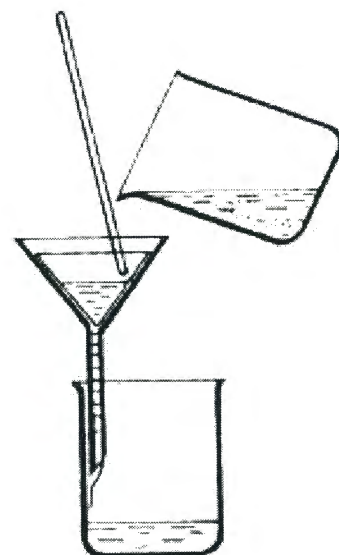
390 (s modrým popisem) – hustý, tvrdý, s malými póry, pomalu filtrující, vhodný pro velmi jemné sraženiny.

Odpovídající filtry firmy Schleider a Schüll jsou označeny červeně, bíle a modře.

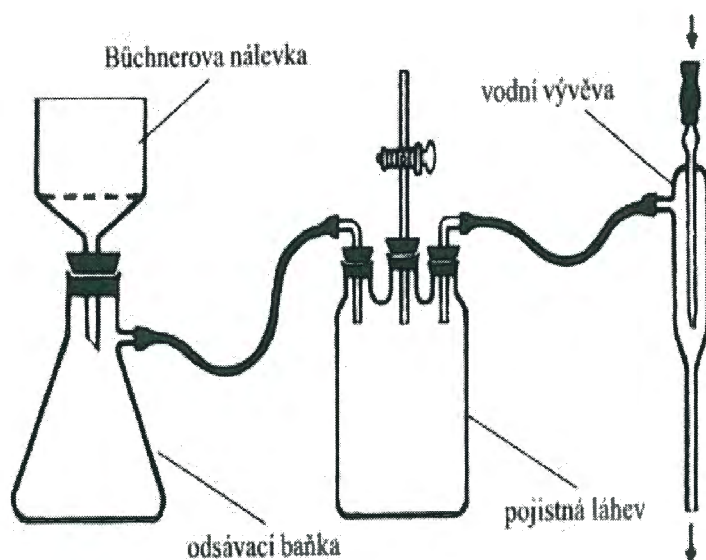
Druh filtračního papíru volíme podle typu sraženiny tak, aby filtrát zůstal čirý a filtrem neprocházely částice látky. Použití zbytečně hustého filtru znamená časovou ztrátu při filtraci. V opačném případě může příliš jemná sraženina řídkým filtrem procházet.

K filtraci za sníženého tlaku, která je podstatně rychlejší, se používá Büchnerovy nálevky, která se upevňuje do hrdla odsávací baňky (obr. 11).

Na dírkované dno nálevky se vkládá kruh filtračního papíru, který zakrývá její dno, jeho průměr musí být o málo menší než vnitřní průměr nálevky.



Obr. 10 Filtrace



Obr. 11 Filtrace za sníženého tlaku



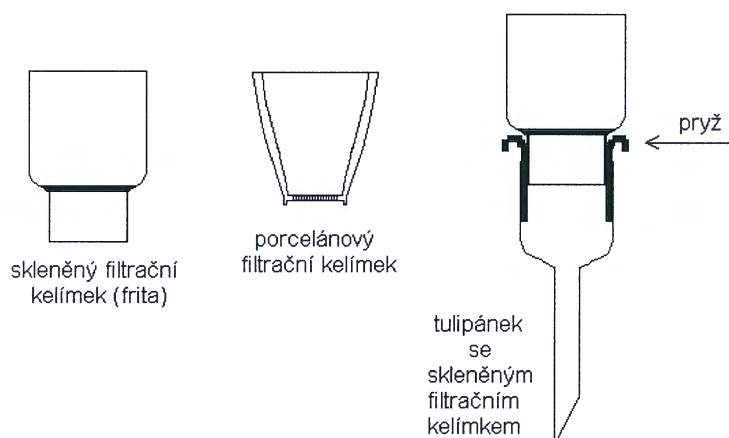
Filtrační papír v nálevce před filtrací skropíme destilovanou vodou, aby se přisál ke dnu. Vzduch z odsávací baňky odsáváme vývěvou. Při ukončení filtrace se nejdříve odpojí baňka od vývěvy nebo se uzavře kohout pojistné nádoby a teprve poté se uzavře vývěva. V opačném případě by mohlo dojít k znečištění filtrátu zpětným nasátím vody z vývěvy. Po promytí a důkladném odsátí sejmeme Büchnerovu nálevku z odsávací baňky a přiklopíme miskou vhodných rozměrů. Po obrácení lehce foukneme do očištěného stonku nálevky kanálkem z dlaně a prstů a uvolníme tak filtrační koláč i s filtrem, který posléze z koláče sloupneme a podle potřeby dočistíme špachtlí.

Po filtraci je nutno sraženinu na filtru promýt. Provádí se tím způsobem, že vedeme ze stříčky tenký proud promývací kapaliny na stěnu filtru ve spirále od horního okraje filtru směrem k jeho špičce, a tím sraženinu rozvířujeme. Při promývání platí Bunsenovo pravidlo, že promývání je dokonalejší tehdy, použijeme-li častěji malých množství promývací kapaliny, než kdybychom použili jedenkrát relativně velkého množství.

Velmi výhodná je filtrace pomocí filtračních kelímků skleněných (frit) nebo porcelánových (obr. 12).

Jsou určeny k filtraci za sníženého tlaku. Kelímek se vloží do skleněného tulipánku s pryžovým prstencem. Stonek tulipánku těsně prochází otvorem v zátce odsávací baňce.

Filtrační kelímky se vyrábějí s různou velikostí pórů, podle charakteru suspence volíme příslušný typ kelímku. Označení skleněných kelímků podle velikosti pórů je uvedeno v tabulce I.



**Obr. 12 Filtrační kelímky**

**Tab. 1 : Označení frit podle velikosti pórů :**

| Označení           | S 0       | S 1      | S 2     | S 3     | S 4    | S 5     |
|--------------------|-----------|----------|---------|---------|--------|---------|
| Velikost pórů v nm | 200 - 100 | 100 - 50 | 50 - 20 | 20 - 10 | 10 - 5 | 1,5 - 1 |

### 2.5.8.2. Dekantace

Dekantace je nejjednodušším způsobem oddělení dobře sedimentující nerozpustné pevné látky od kapaliny (jedna z metod promývání sraženin).

Dekantaci provádíme tak, že sraženinu necháme usadit na dně (nejlépe nakloněné nádoby, abychom sedlinu zbytečně nevířili) a čistou kapalinu opatrně odlijeme. Ke zbylé sraženině přidáme promývací kapalinu, sraženinu necháme usadit a opět kapalinu odlijeme. Tento postup opakujeme 2 – 3 krát.

### 2.5.8.3. Krystalizace

Krystalizace je založena na vylučování pevné látky z roztoku, případně taveniny v podobě krystalů. Umožňuje připravit látky o vysokém stupni čistoty. Krystalizací případně rekrystalizací se mohou od sebe oddělit dvě nebo i více látek, které se od sebe liší rozpustností a netvoří spolu podvojně soli, směsné krystaly nebo komplexní sloučeniny.

*Metody krystalizace: viz úloha 3.3 Krystalizace.*

### 2.5.8.4. Chromatografie

Chromatografie je založena na rozdílné afinitě (příbuznosti, vzájemném vztahu) jednotlivých složek směsi ke dvěma vzájemně nemísitelným fázím.

Chromatografické metody jsou založeny na postupném a mnohonásobném ustavování rovnováh separované směsi mezi fází mobilní a stacionární. V mobilní fázi je rychleji unášena složka s větší afinitou k této fázi, složka s větší afinitou ke stacionární fázi se proti ní opoždí.

*Podrobněji o chromatografických metodách a jejich rozdělení viz úloha 3.12 Chromatografie.*

### 2.5.8.5. Destilace

Destilace se používá k rozdělování směsi kapalin o různé teplotě varu nebo k oddělení těkavějších látek od látek méně těkavých, případně tuhých. Principem tohoto fyzikálního pochodu je převedení kapaliny v páru zahřátím, odvedení páry a její kondenzace.

*Podrobněji o destilaci a způsobech destilace viz úloha 3.10 Frakční destilace.*

### 2.5.8.6. Extrakce

Extrakce je izolace látky ze směsi převedením do vhodného rozpouštědla. Pomocí vhodných rozpouštědel, která se vzájemně nemísí, lze extrahovat roztoky nebo směsi látek tuhých i kapalných.

*Podrobněji o extrakci viz úloha 3.11 Extrakce.*



### 3. JEDNOTLIVÉ LABORATORNÍ ÚLOHY

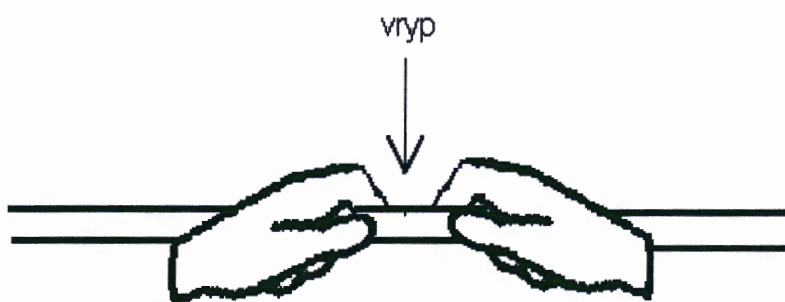
#### 3.1. Práce se sklem, korkem a pryží

##### TEORETICKÝ ÚVOD

*Sklo je velmi křehké, snadno praská a při nárazu se tříští. Musíme s ním proto opatrně a přesně pracovat, abychom předešli zbytečným poraněním. Pokud zpracováváme sklo za tepla, musíme vědět, že je špatným vodičem tepla a pomalu chladne. Dáváme pozor, abychom se nepopálili. Sklo musí být naprosto suché. I malé množství vlhkosti, která se dostane na zahřáté místo, může způsobit prasknutí. Sklo proto zahříváme, zejména zpočátku, velmi pomalu a rovnoměrně. Důležité je i pomalé chlazení, při rychlém dochází k vnitřnímu pnutí a sklo pak velmi snadno, někdy i zdánlivě bez příčiny, praská. Proto sklo nevytahujeme rychle ani z nesvítivého plamene, ani je neklademe na stůl, ale na dřevěnou podložku tak, aby se jí horká část nedotýkala.*

##### **Řezání a otavování skleněných tyčinek a trubic**

*Skleněné tyčinky a trubičky jsou dodávány do laboratoří výrobcem v různé síle a délkách 1 až 2 m, musíme je proto velmi často zpracovat na potřebnou délku. Slabé tyčinky (asi do 5 mm) nařízneme kolmo na jednom místě nožem nebo pilníkem na sklo, aby se vytvořil bílý vryp, tyčinku pak uchopíme do obou rukou naříznutým místem od sebe s palci proti vrypu a tlakem k sobě a mírným tahem od sebe tyčinku přelomíme viz (obr. 13).*



**Obr. 13** Postup při lámání tyčinky

*Trubičky řezeme zcela obdobně, ale někdy, zejména klade-li trubička větší odpor, je vhodné uchopit ji do hadříku, abychom se neporanili střepinami, kdyby se sklo roztříštilo.*

*Silnější tyčinky a trubičky (tenkostěnné asi od 6 mm, silnostěnné od 10 mm) nařezáváme po celém obvodu tak, že pilník přitlačíme a sklem otáčíme. Záro-*

veň dáváme pozor, abychom zejména silnější tenkostěnné trubičky tlakem pilníku nepromáčkli a neporanili se. Vryp navlhčíme a přiložíme k němu rozžhavený konec skleněné tyčinky nebo do půlkruhu podle obvodu trubice zahnutý rozžhavený drát.

Odřezané tyčinky a trubičky mají ostré hrany, které mohou být příčinou poranění a špatně se protahují zátkami nebo se jimi může poškodit hadice. Ihned je proto otavujeme tak, že konec tyčinky nebo trubičky vložíme do svítivého plamene, pak do nesvítivého za stálého otáčení, dokud hrany nezměknou a nezaoblí se. Musíme dát pozor, abychom otavování neprováděli příliš dlouho a prudce, neboť tyčinky se mohou částečně ohnout a na konci rozšířit, u trubiček se naopak průsvit zúží a může dojít k zatavení trubičky.

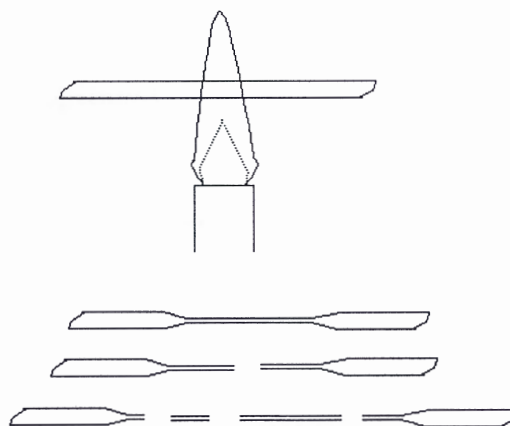
### 3.1.1. Příprava skleněné tyčinky

Uřízněte si skleněnou tyčinku o délce 15 – 20 cm a otavte její hrany. Takto zhotovená tyčinka bude používána jako míchací tyčinka.

### 3.1.2. Příprava skleněné kapiláry

K přípravě skleněné kapiláry použijte skleněnou trubičku o délce asi 20 cm s otavenými konci. Střed této trubičky rovnoměrně nahřejte v plameni do změknutí, přitom dávejte pozor, abyste trubici nezkroutili nebo jinak nezdeformovali. Jakmile je trubice dostatečně prohřátá, vyjměte ji z plamene a oba konce od sebe odtáhněte tak rychle, aby se změkklé sklo okolním vzduchem nestačilo ochladit a nez tuhlo (viz obr. 14). Průměr kapiláry závisí na rychlosti tahu a stupni prohřátí skla.

Nikdy se nesnažte vytáhnout kapiláru přímo v plameni, protože byste ji zatavili nebo vytáhli skleněnou niť.

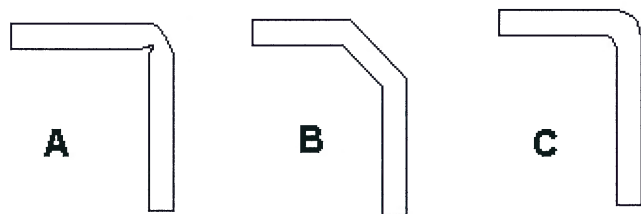


Obr. 14 Příprava kapiláry

### 3.1.3. Ohýbání trubiček

Při ohýbání trubiček stoupá náročnost se zmenšováním úhlu, který části trubičky svírají. Trubičku nejdříve v místě ohybu rovnoměrně prohřívejte za stálého otáčení. V požadovaném místě ohybu také trubičku prohřejte v plameni ve vodorovném směru o délce asi 5 cm. Jakmile je sklo dostatečně prohřáté, trubičku vyjměte z plamene a pomalu ji ohněte do požadovaného úhlu. Musíte dát pozor, aby v místě ohybu nedošlo k deformaci (viz obr. 15).

Připravte a odevzdejte tři ohnuté trubičky – s úhly 120°, 90° a 60°.



- A** příliš prohřáté sklo
- B** nestejně a nedostatečně prohřátá trubička
- C** správně ohnutá trubička

Obr. 15 Ohýbání trubičky

### 3.1.4. Vrtání zátek

K vrtání otvorů do korkových nebo pryžových zátek se používají tzv. korkovrty o různém průměru. Postup při vrtání je následující: zátku si položte na podložku podstavou o větším průměru, korkovrt před vrtáním ovlhčete glycerolem nebo vodou. Do otvoru v horní části korkovrtu zasuněte kovovou tyčinku, která poslouží jako držadlo. Otvor vrtejte otáčením korkovrtu a tlakem na korkovrt. Z vyvrtané zátky korkovrt vyjměte otáčivým pohybem a tyčinkou vytlačte vyvrtaný korek nebo pryž z korkovrtu.

Při nasazování trubiček do vyvrtaných otvorů je vhodné konce trubiček navlhčit. Trubičky nasazujte otáčivým pohybem.



## 3.2. Kontrola správnosti objemu pipety

### TEORETICKÝ ÚVOD

Měření objemu kapalin patří k nejčastějším úkolům v chemické laboratoři. K přesnému odměřování malých objemů se používají pipety.

Nedělené pipety jsou kalibrovány na určitý objem za dané teploty (nejčastěji na 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 a 100 cm<sup>3</sup>). Dělené pipety jsou opatřeny stupnicí dělenou na cm<sup>3</sup> (ml) a jejich desetiny, případně setiny.

Aby odměřování objemu poskytlo správné výsledky, je třeba při pipetování dodržovat několik důležitých zásad: Použitá pipeta musí být buď zcela čistá a suchá, nebo ji před pipetováním propláchneme několikrát roztokem, který chceme pipetovat. Při pipetování nikdy neodebíráme kapalinu přímo ze zásobní láhve, protože bychom do ní mohli zanést nečistoty nebo vodu, ale vždy odlijeme potřebný objem do čisté suché kádinky a z ní potom pipetujeme. Zbytek v kádince již nikdy nevracíme do zásobní láhve. Pipetu ponořujeme do roztoku jen spodní částí a roztok nasáváme, dokud kapalina nevystoupí poněkud nad značku. Přebytkovou kapalinu necháme vytéci zpět do nádoby, až je meniskus v rovině kalibrační rysky. Potom naplněnou pipetu přeneseme opatrně nad nádobu, do které chceme odměřený objem přenést, a kapalinu necháme volně vytékat. Výtok kapaliny nikdy neurychlujeme, pipetu nevyfukujeme ani nevyplachujeme! Pipety jsou kalibrovány na vylití (Ex) a poslední kapka, která ulpí ve výtokovém otvoru po určené době již není součástí určeného objemu.

Odměrné nádoby jsou sice kalibrovány, ale před velmi přesnými měřeními je nutné jejich objem zkontrolovat, aby se zjistily eventuelní odchylky způsobené nerovnoměrným průměrem skleněné trubičky nebo jinými chybami při sériové výrobě. Normy povolují určité odchylky, které jsou pro pipety uvedeny v tabulce 2.

Tabulka 2: Dovolené odchylky pro objemy nedělených pipet

| Objem pipety<br>(cm <sup>3</sup> ) | Dovolené odchylky (v cm <sup>3</sup> ) ve třídě přesnosti |         |
|------------------------------------|-----------------------------------------------------------|---------|
|                                    | A                                                         | B       |
| 0,5                                | ± 0,005                                                   | ± 0,01  |
| 1 a 2                              | ± 0,006                                                   | ± 0,012 |
| 5                                  | ± 0,010                                                   | ± 0,020 |
| 10                                 | ± 0,015                                                   | ± 0,030 |
| 15 a 20                            | ± 0,020                                                   | ± 0,040 |
| 25                                 | ± 0,025                                                   | ± 0,050 |
| 30                                 | ± 0,030                                                   | ± 0,060 |
| 50                                 | ± 0,035                                                   | ± 0,070 |
| 100                                | ± 0,050                                                   | ± 0,10  |



*Při kontrole správnosti objemu zjišťujeme hmotnost destilované vody, která vyteče z nádoby naplněné po značku, je-li nádoba kalibrována na vylití.*

*Kontrolované nádoby musíme předem vyčistit, vypláchnout vodou, odmastit (např. saponátem), důkladně vypláchnout destilovanou vodou a vysušit.*

### **Pomůcky**

analytické váhy, baňka nebo váženka, pipeta, teploměr

### **Chemikálie**

destilovaná voda, saponát, ethanol, ether

## **PRACOVNÍ POSTUP**

- Pipetu naplňte vodou s přídavkem saponátu a otáčením ji důkladně vymyjte.
- Pipetu vypláchněte 2krát až 3krát destilovanou vodou, potom ji důkladně vysušte tak, že ji propláchnete ethanolem, etherem a přes odsávací baňku proženete pipetou vzduch.
- Odpipetujte určený objem vody.
- Vodu z pipety vypusťte do čisté, suché a předem zvážené baňky (váženky), baňku opět zvažte na desetitisícinu gramu.
- Změřte teplotu použité destilované vody, zjistěte její hustotu.
- Práce popsané v bodech 3, 4, 5 opakujte 3krát.
- Z hmotnosti vody a její hustoty při dané teplotě vypočítejte objem, udávající současně i objem pipety (s přesností na tři desetinná místa).
- Z jednotlivých měření vypočítejte aritmetický průměr hodnoty objemu pipety.

### 3.3. Krystalizace

#### TEORETICKÝ ÚVOD

Krystalizace je založena na vylučování pevné látky z roztoku, případně z taveniny v podobě krystalů. Umožňuje připravit látky o vysokém stupni čistoty: krystalizací (případně vícenásobnou krystalizací tzv. rekrystalizací) se mohou od sebe oddělit dvě nebo i více látek, které se od sebe liší rozpustností a netvoří spolu podvojně soli, směsné krystaly nebo komplexní sloučeniny.

Rozpuštěnou látku je možno přivést ke krystalizaci těmito způsoby:

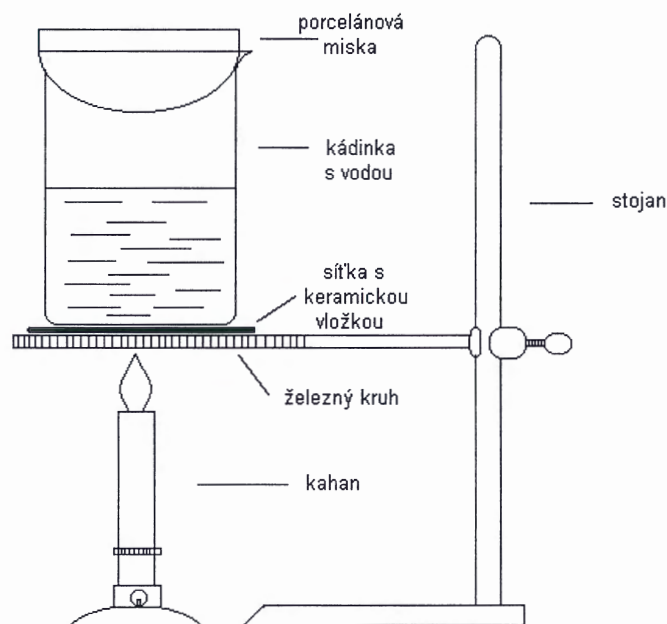
➤ **ochlazením roztoku** – připravíme za tepla nasycený roztok, který pak ochladíme. S klesající teplotou klesá ve většině případů i rozpustnost látek, takže se vyloučí v pevném stavu množství látky, odpovídající rozdílu její rozpustnosti při dvou různých teplotách;

➤ **odpařováním rozpouštědla** – z roztoku látky se nechá odpařit rozpouštědlo, aby vznikl nasycený roztok. Odpaření se urychlí zahříváním roztoku na vodní lázni;

➤ **srážením v roztoku (krystalizace změnou rozpustnosti)** – krystalizace se vyvolá přidáním dalšího rozpouštědla, v němž je daná látka méně rozpustná než v původním roztoku. Obě rozpouštědla musí být navzájem mísitelná.

Velikost vyloučených krystalů je závislá na rychlosti krystalizace. Čím pomaleji ochlazujeme, tím větší krystaly získáme. Velké, dobře vyvinuté krystaly se vytvoří při krystalizaci **volným chladnutím** v bezprašné atmosféře. Při rychlém ochlazení roztoku, nasyceného za tepla (rušená krystalizace), získáme drobné, zpravidla špatně vyvinuté krystaly. Při preparativních úlohách a čištění látek krystalizací je důležitá optimální velikost krystalů – příliš velké krystaly mohou mít dutiny, v nichž je uzavřen matečný loup, příliš drobné krystaly mohou naopak na svém velkém povrchu vázat nečistoty.

Podle údajů v tabulkách vypočteme objem rozpouštědla, potřebného k přípravě roztoku nasyceného při dané teplotě. Není-li rozpustnost látky známa, zjistíme množství rozpouštědla potřebného k přípravě nasyceného roztoku experimentálně: k dané látce v kádince přidáváme za dané teploty za stálého míchání tyčinkou rozpouštědlo po malých dávkách tak dlouho, až se všechna látka rozpustí. Získaný roztok zfiltrujeme a ponecháme krystalizovat. Má-li látka krystalizovat ze zředěného roztoku o neznámé koncentraci, zfiltrujeme jej a pak jej zahustíme ke krystalizaci odpařováním na vodní lázni (viz obr. 16).



Obr. 16 Improvizovaná vodní lázeň

*V tomto cvičení budete čistit některé látky krystalizací.*

*Technický preparát modré skalice bývá znečištěn zejména síranem železnatým, který je s modrou skalicí izomorfni. Povařením s kyselinou dusičnou převedeme síran železnatý na neizomorfni síran železitý, který zůstane po krystalizaci modré skalice v matečném louhu.*

*Při čištění kyseliny trihydrogenborité rušenou krystalizací se vyloučí takové množství  $H_3BO_3$ , které odpovídá rozdílu její rozpustnosti za horka a po ochlazení*

### 3.3.1. ČIŠTĚNÍ TECHNICKÉ MODRÉ SKALICE KRYS- TALIZACÍ

#### **Pomůcky**

třecí miska s tloučkem, kádinka 400-600 cm<sup>3</sup>, stojan s kruhem a sítkou, kahan, filtrační nálevka, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, vývěva, odpařovací miska

#### **Chemikálie**

technická modrá skalice, koncentrovaná kyselina dusičná

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- 5 g technické modré skalice jemně utřete v třecí misce a rozpustíte v potřebném objemu vody (podle údajů v tabulce rozpustnosti).
- K roztoku přidejte 0,5 cm<sup>3</sup> koncentrované kyseliny dusičné.

- Roztok zahřejte k varu a krátce povařte.
- Roztok zfiltrujte skládaným filtrem do odpařovací misky.
- Filtrát zahustěte na vodní lázni na krystalizační stupeň (zkouška tyčinkou) a ochladte.
- Získané krystaly odsajte na Büchnerově nálevce, rozpusťte v minimálním množství horké destilované vody.
- Vroucí roztok ochladte a vzniklé krystaly znovu odsajte na Büchnerově nálevce (získáte dvakrát překrystalovanou látku).
- Krystaly sušte mezi listy filtračního papíru, po vysušení zvažte a vypočítejte procentový výtěžek.
- Filtráty po první a druhé krystalizaci slijte a můžete je zpracovat na tzv. druhý produkt.

### 3.3.2. ČIŠTĚNÍ KYSELINY TRIHYDROGENBORITÉ RUŠENOU KRYSTALIZACÍ

#### Pomůcky

předvážky, kádinka, skleněná tyčinka, třecí miska s tloučkem, stojan s kruhem a sítkou, kahan, filtrační papír, nůžky, nálevka, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, vývěva, Erlenmeyerova baňka

#### Chemikálie

kyselina trihydrogenboritá (technická)

#### PRACOVNÍ POSTUP

- V tabulkách vyhledejte rozpustnost  $\text{H}_3\text{BO}_3$  ve vodě.
- Odvažte o 5% méně  $\text{H}_3\text{BO}_3$  než by se podle tabulek rozpustilo ve  $20 \text{ cm}^3$  destilované vody při  $100^\circ\text{C}$ .
- K navážce přidejte  $20 \text{ cm}^3$  destilované vody a zahřívejte za neustálého míchání tyčinkou k varu, až se všechna látka rozpustí.
- Za horka nasycený roztok rychle zfiltrujte do Erlenmeyerovy baňky.
- Baňku s roztokem chladte v proudu studené vody, míchejte krouživým pohybem baňky.
- Vyloučené krystaly oddělte od matečného louhu na Büchnerově nálevce za sníženého tlaku, promyjte asi  $20 \text{ cm}^3$  ledové vody.
- Promyté krystaly vyklepněte i s filtračním papírem z Büchnerovy nálevky na připravený filtrační papír, kterým zároveň odsajte přebytečnou kapalinu.



### 3.3.3. ČIŠTĚNÍ MODRÉ SKALICE KRYSTALIZACÍ SRÁŽENÍM V ROZTOKU

#### **Pomůcky**

shodné s předchozí úlohou 3.3.2.

#### **Chemikálie**

technická modrá skalice, ethanol

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- 4 g modré skalice jemně roztřete a rozpust'te v minimálním objemu vody při laboratorní teplotě (podle tabulek rozpustnosti).
- Roztok zfiltrujte, filtrát zahustěte ke krystalizaci na vodní lázni a nalijte do Erlenmeyerovy baňky.
- Baňku ochlad'te za neustálého krouživého pohybu proudem studené vody, vykrysaluje jen malé množství látky.
- K roztoku přidejte asi čtyřnásobný objem ethanolu (ve srovnání s objemem vody potřebným k rozpuštění navážky technické modré skalice).
- Vyloučené jemné krystaly odsajte na Büchnerově nálevce, rozložte na filtrační papír a sušte při laboratorní teplotě.

### 3.4. Stanovení hustoty kapaliny

#### TEORETICKÝ ÚVOD

Hustota ( $\rho$ ) je důležitá fyzikální konstanta látek. Je určena podílem hmotnosti látky a jejího objemu. Nejčastěji užívanou jednotkou v laboratorní praxi je  $\text{g.cm}^{-3}$ .

Stanovení hustoty kapaliny se provádí pomocí ponorného hustoměru nebo Mohrových vah, kdy je měření založeno na vztlaku tělesa v kapalině.

Hustoměry slouží k rychlému, ale nepříliš přesnému stanovení hustoty kapalin. Po ponoření do kapaliny se hustoměr ustálí v poloze, která odpovídá rovnováze tíhové a vztlakové síly. Podle Archimedova zákona se velikost vztlakové síly rovná tíze kapaliny stejného objemu, jaký zaujímá ponořená část hustoměru.

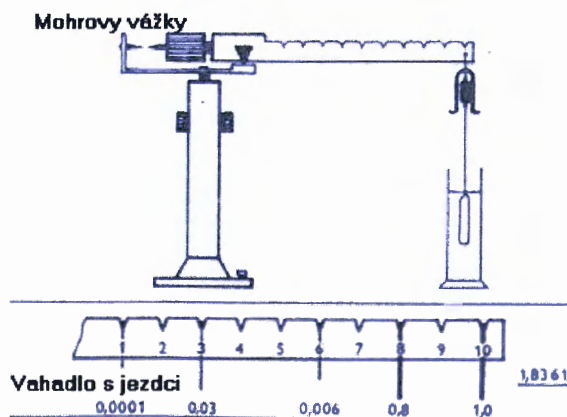
Čím je hustota kapaliny menší, tím hlouběji se hustoměr ponoří a naopak.

Při správném postupu musí hustoměr v kapalině plavat a nesmí se dotýkat stěn válce. Do kapaliny se ponořuje velmi opatrně tak, aby neklesl až ke dnu, důležitá je volba hustoměru s odpovídajícím rozsahem stupnice; k dispozici bývá většinou sada hustoměrů.

Při odečítání hustoty na stupnici hustoměru musí být meniskus hladiny ve výši očí, jinak se projeví paralaxní chyba měření.

Mohrovy váhy jsou konstruovány tak, že na nich lze odečítat přímo hustotu kapalin. Jsou to nerovnoramenné pákové váhy. Ponorné tělísko je zavěšeno na delším ramenu vah. Jestliže je na vzduchu, jsou váhy v rovnováze bez vložení jezdců na rameno. Pokud ne, upravíme rovnováhu otáčením tárovací matice. Ponoříme-li tělísko do měřené kapaliny, poruší se vlivem vztlakové síly rovnováha, která se obnoví zavěšením jezdců do závěsů na delším rameni vah. Jezdců je několik, největší jezdec má takovou hmotnost, aby při jeho zavěšení na konec vahadla (desátý dílek) vyrovnal vztlak kapaliny o hustotě  $1 \text{ g.cm}^{-3}$ .

Hmotnosti závaží jsou v poměru  $1 : 0,1 : 0,01 : 0,001$ . U kapaliny hustoty  $1,3265 \text{ g.cm}^{-3}$  bude umístěn největší jezdec na 10. dílku, druhý stejný jezdec na 3. dílku, jezdec s desetkrát menší hmotností na 2. dílku a jezdec se stokrát menší hmotností na 6. dílku a jezdec s tisíckrát menší hmotností na 5. dílku. Jiný příklad je na obr. 17, kde



Obr. 17 Mohrovy váhy

*je hustota kapaliny  $1,8361 \text{ g.cm}^{-3}$ . Mohrovými váhami se čtyřmi jezdci lze měřit hustotu kapalin s přesností až na  $0,0001 \text{ g.cm}^{-3}$ .*

### **3.4.1. STANOVENÍ HUSTOTY KAPALINY HUSTOMĚREM**

#### **Pomůcky**

hustoměry, odměrný válec ( $250 \text{ cm}^3$ )

#### **Chemikálie**

vzorky kapalin

### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Odměrný válec naplňte asi  $210 \text{ cm}^3$  destilované vody a opatrně do vody ponořte hustoměr. Vyčkejte až se ustálí v určité poloze a na stupnici odečtěte hodnotu hustoty. Zapište tuto hodnotu a změřte hodnotu hustoty téhož vzorku na Mohrových vahách – viz úloha 3.4.2.
- Stejným postupem stanovte hustotu dalších vzorků. U vzorku kyseliny octové podle zjištěné hodnoty hustoty v tabulkách najděte hmotnostní zlomek (procento)  $\text{CH}_3\text{COOH}$  v daném roztoku.
- V protokolu porovnejte hodnoty hustoty všech vzorků zjištěné hustoměrem a hodnoty zjištěné na Mohrových vahách – úloha 3.4.2.

### **3.4.2. STANOVENÍ HUSTOTY KAPALINY PONORNÝM TĚLÍSKEM NA MOHROVÝCH VAHÁCH**

#### **Pomůcky**

Mohrovy váhy, odměrný válec

#### **Chemikálie**

vzorky kapalin

### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Na vahadlo sestavených vah zavěste ponorné tělísko. Váhy by měly být v rovnováze, pokud tomu tak není, upravte rovnováhu otáčením tárovací matice.
- Vahadlo vysuňte nahoru, abyste pod tělísko mohli podsunout válec s kapalinou, jejíž hustotu stanovujete, tělísko musí být celé ponořené.
- Vahadlo opatrně spouštějte, až se celé tělísko ponoří do kapaliny ve válci, rovnováha se poruší vztlakem kapaliny.
- Obnovte rovnováhu zavěšováním jezdců do zářezů vahadla, postupujte od největšího k nejmenšímu.
- Po skončení každého měření opláchněte ponorné tělísko destilovanou vodou, osušte a uložte do pouzdra.

## 3.5. Stanovení hustoty pevné látky

### TEORETICKÝ ÚVOD

*Stanovení hustoty pevných látek vychází vždy z měření hmotnosti a objemu látky (viz úloha 3.5.1. – orientační stanovení hustoty tuhé látky).*

*Principem pyknometrického stanovení je zvážení přesného objemu kapaliny v pyknometru na analytických vahách. Při určení hustoty pevné látky pyknometrickou metodou je objem vzorku pevné látky stanoven nepřímo výpočtem z rozdílu hmotnosti vody ve zcela naplněném pyknometru bez vzorku a hmotnosti vody v naplněném pyknometru s ponořeným vzorkem pevné látky (vzorec pro výpočet je uveden v pracovním postupu).*

### 3.5.1. ORIENTAČNÍ STANOVENÍ HUSTOTY PEVNÉ LÁTKY MĚŘENÍM JEJÍHO OBJEMU A HMOTNOSTI

#### Pomůcky

předvážky, odměrný válec ( $25\text{ cm}^3$ )

#### Chemikálie

vzorek pevné látky, destilovaná voda

#### PRACOVNÍ POSTUP

- Vzorek zvažte na předvážkách, hmotnost označte **m**.
- Odměrný válec naplňte  $10\text{ cm}^3$  vody, objem označte **V<sub>1</sub>**.
- Do odměrného válce s vodou vložte vzorek pevné látky, objem kapaliny se vzorkem označte **V<sub>2</sub>**.
- Vypočítejte hustotu vzorku.

### 3.5.2. STANOVENÍ HUSTOTY PEVNÉ LÁTKY PYKNOMETRICKOU METODOU

#### Pomůcky

pyknometr, analytické váhy, nálevka s dlouhým stonkem, hadřík, teploměr, filtrační papír

#### Chemikálie

vzorek pevné látky

#### PRACOVNÍ POSTUP

- Na analytických vahách zvažte čistý, suchý a prázdný pyknometr i se zátkou, hmotnost označte **m<sub>1</sub>**.
- Změřte teplotu destilované vody, v tabulkách vyhledejte její hustotu.



- Naplňte pyknometr destilovanou vodou: pyknometr naplňte až po okraj hrdla, potom zasuňte zátku. Destilovanou vodu, která unikne kapilárním otvorem v zátce pyknometru, setřete filtračním papírem, hadříkem, příp. gázou a celý pyknometr osušte. Pyknometr je naplněn správně, když kapalina sahá přesně k okraji kapiláry v zátce. Je-li v nádobce nebo zátce pyknometru vzdušná bublinka, musíte pyknometr naplnit znovu.
- Pyknometr s destilovanou vodou zvažte na analytických vahách, hmotnost označte **m<sub>2</sub>**.
- Do pyknometru dejte navážený vzorek (**m**), uzavřete ho zátkou a zvažte na analytických vahách, hmotnost označte **m<sub>3</sub>**.
- Vypočítejte objem vzorku:

$$V = \frac{(m_2 - m_1) - [m_3 - (m_1 + m)]}{\rho(\text{H}_2\text{O})}$$

- Ze známé hmotnosti a objemu vzorku vypočítejte jeho hustotu.

## 3.6. Stanovení teploty tání vzorku

### TEORETICKÝ ÚVOD

Zahříváním přecházejí čisté látky z pevného skupenství v kapalně při zcela přesně definované teplotě, kterou nazýváme **teplota tání**. Teplota tání krystalické látky závisí na vnějším tlaku, při kterém tání probíhá. V tabulkách se uvádí teploty tání při normálním tlaku (tj.  $1,013 \cdot 10^5$  Pa) – nazývají se **normální teploty tání**.

Teplotu odečítáme v tom okamžiku, kdy se na povrchu kapalinového sloupečku taveniny vytvoří ostrý meniskus. Při této teplotě koexistuje v rovnováze pevná i kapalná fáze látky. Teplota tání je důležitou fyzikální konstantou každé čisté látky. Její zjištění slouží jednak k poměrně rychlé identifikaci prvků a sloučenin (zejména organických). A dále jako měřítko jejich čistoty. Čistá látka má totiž teplotu tání ostrou, teplotní interval, v němž dochází k rozrušení struktury pevné látky a ke vzniku taveniny s meniskem u nich nebývá větší než  $1^\circ\text{C}$ .

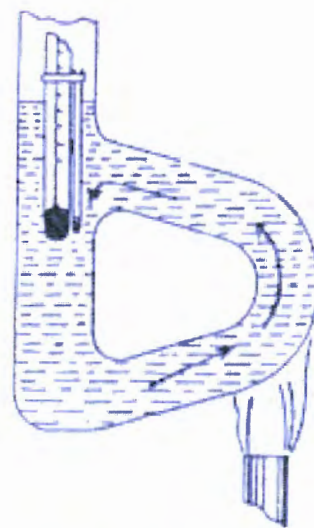
Během zahřívání čisté látky její teplota plynule vzrůstá až k teplotě tání, během tání (tj. při rovnovážné koexistenci pevné a kapalně fáze) zůstává teplota konstantní a dodané teplo se spotřebovává na přeměnu skupenství. Teplo, které přijme pevné těleso již zahřáté na teplotu tání, aby se změnilo na kapalinu téže teploty, se nazývá **skupenské teplo tání**. Teprve když se všechna tuhá fáze přemění v kapalinu, začne teplota opět vzrůstat. Přítomnost nečistot způsobuje snížení teploty tání látky, ta může být také případně neostrá.

Přístroje pro stanovení teploty tání malých množství látek nazýváme **bodotávky**. Pro látky s nižší teplotou tání (asi do  $100^\circ\text{C}$ ) používáme **skleněné bodotávky** (viz obr. 18).

Jsou to skleněné nádoby, které bývají plněny zpravidla glycerolem.

Tvar bodotávku umožňuje, že při pozvolném zvyšování teploty dochází k proudění kapaliny a k rovnoměrnému prohřívání teploměru i kapiláry se vzorkem, které se zasunují přímo do vyhřívané kapaliny.

Zvyšování teploty musí být pozvolné, proto zahříváme co nejmenším plaménkem kahanu buď opatrně přímo podle obr. 18 nebo na síťce s keramickou vložkou.



Skleněný P-bodotávek

Obr. 18 Bodotávek

### 3.6.1. STANOVENÍ TEPLOTY TÁNÍ

#### Pomůcky

skleněný bodotávek, stojan s příslušenstvím, kahan, síťka s keramickou vložkou, teploměr, kapiláry, gumička nebo tuhý drátek, skleněná trubice délky cca 1 m, lupa

#### Chemikálie

glycerol, vzorky látek

#### PRACOVNÍ POSTUP

- Látku, jejíž teplotu tání chcete stanovit, odsypte do třecí misky a dobře rozetřete.
- Vzorek dávejte do tenkostěnné kapiláry o průměru maximálně 1-1,5 mm, aby výměna tepla mezi lázní a vzorkem byla co nejrychlejší.
- Otevřeným koncem nabírejte postupně do kapiláry tolik látky, aby se po sklepnutí vytvořil asi 2 mm vysoký sloupeček.
- Kapiláru nechte několikrát volně padat svisle postavenou trubicí (dlouhou asi 1m) na tvrdou podložku (vzorek se tak dobře upěchuje do nízkého sloupce u dna kapiláry a stejnoměrněji se prohřívá).
- Takto naplněnou kapiláru připevněte k teploměru buď tenkým drátkem nebo gumičkou (gumovým kroužkem, odstřiženým z hadice) tak, aby sloupeček látky byl umístěn ve výši rtuťové nádoby teploměru (viz obr. 19).
- Jde-li o látku, jejíž teplotu tání neznáte, proveďte nejdříve přibližné (orientační) stanovení. Teplotu zvyšujte rychlostí asi 1 °C za sekundu a pozorujte chování látky. Jakmile začnou krystalky na stěnách kapiláry tát, zahřívání přerušete.
- Teplotu, při níž došlo k tvorbě menisku zaznamenejte jako přibližnou teplotu tání. Potom můžete provést přesné stanovení.
- Vzorek zahřívajte zpočátku stejnou rychlostí jako při předběžném měření. 20 – 30 °C před přibližnou teplotou tání zpomalte zahřívání tak, aby teplota stoupala rychlostí 1 °C za minutu.
- Do tabulky запиšte teplotu tvorby menisku a teplotu vyjasnění taveniny.
- Mezi jednotlivými měřeními je třeba nechat vychladnout bodotávky.



Obr. 19 Umístění kapiláry



### 3.7. Termometrické stanovení stechiometrických poměrů reaktantů při neutralizaci

#### TEORETICKÝ ÚVOD

*Při termometrických stanoveních sledujeme v tepelně izolovaných nádobách závislost změny teploty na stechiometrickém poměru reaktantů při reakci.*

*Toto stanovení je možno provést tak, že se v různém poměru mísí roztoky reaktantů o stejné molární koncentraci. Při jednotlivých měřeních se zjišťuje přírůstek teploty reakční směsi a závislost přírůstku teploty na poměrech reaktantů se vyjádří graficky. Bod, ve kterém graf dosáhne maxima, odpovídá stechiometrickému poměru reaktantů. Přesnost měření významně ovlivňuje kvalita tepelné izolace titrační nádoby. Roztoky reaktantů, teploměr a potřebné skleněné nádoby je vhodné vytemperovat na teplotu laboratoře.*

*Termometrická metoda je vhodná pro neutralizační, srážecí i oxidačně-redukční reakce.*

#### Pomůcky

teploměr (o rozsahu do 50 °C a s dělením po 0,1 °C, popř. 0,2 °C), tepelně izolovaná nádoba, magnetické míchadlo, 2 odměrné válce 100 cm<sup>3</sup> a 50 cm<sup>3</sup>, filtrační papír

#### Chemikálie

hydroxid sodný ( $c=2 \text{ mol.dm}^{-3}$ ), vzorek kyseliny ( $c=2 \text{ mol.dm}^{-3}$ )

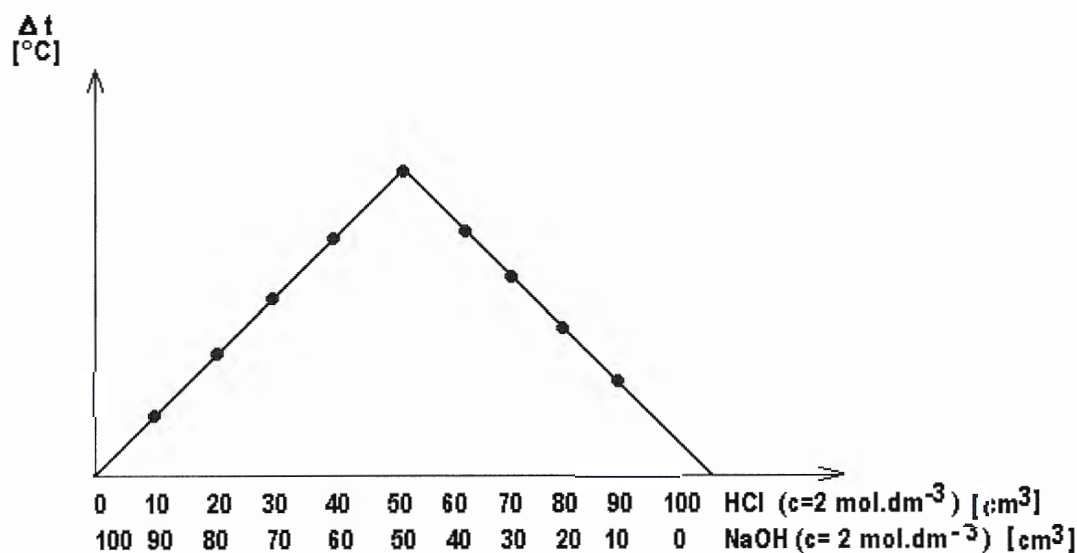
#### PRACOVNÍ POSTUP

- Změřte teplotu výchozích roztoků, které máte k dispozici, a zaznamenejte ji jako teplotu  $t_1$ . Je nutné, aby roztoky měly teplotu stejnou (teplotu místnosti).
- Do tepelně izolované nádoby s teploměrem odměřte roztok hydroxidu sodného o objemu 10 cm<sup>3</sup> a pozvolna k němu přilijte kyselinu o objemu 90 cm<sup>3</sup>. Směs míchejte a sledujte vzrůst její teploty.
- Pokud hodnota teploty směsi již nestoupá zaznamenejte nejvyšší dosaženou hodnotu jako teplotu  $t_2$ .
- Směs vylijte do určené nádoby. Reakční nádobu i teploměr opláchněte vodou a vysušte filtračním papírem. Odečtením teploty  $t_1$  od teploty  $t_2$  zjistíte přírůstek teploty  $\Delta t$ :  $\Delta t = t_2 - t_1$
- Stejně postupujte v dalších měřeních podle údajů v následující tabulce:



|                                                                               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|-------------------------------------------------------------------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| Měření č.                                                                     | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | 6  | 7  | 8  | 9  |
| Roztok NaOH ( $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$ )<br>o objemu [ $\text{cm}^3$ ]     | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 |
| Roztok kyseliny ( $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$ )<br>o objemu [ $\text{cm}^3$ ] | 90 | 80 | 70 | 60 | 50 | 40 | 30 | 20 | 10 |
| $t_1$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]                                                  |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| $t_2$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]                                                  |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| $\Delta t$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]                                             |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

- Sestrojte graf závislosti přírůstku teploty reakční směsi  $\Delta t$  na poměru reaktantů (viz obr. 20).



**Obr. 20** Závislost přírůstku teploty reakční směsi na poměru reaktantů při neutralizaci

- Z grafu odečtete stechiometrické poměry výchozích látek a napište příslušnou rovnici. Určete, zda se jedná o vzorek kyseliny chlorovodíkové nebo kyseliny sírové.
- Analogicky stanovte stechiometrické koeficienty výchozích látek při srážecí reakci dusičnanu olovnatého s jodidem draselným.

## 3.8. Stanovení alkality pitné vody titrací a pH - metrem

### TEORETICKÝ ÚVOD

Alkalita pitné vody se vyjadřuje koncentrací hydroxidových iontů ve zkoumaném vzorku.

Stanovuje se acidimetrickou neutralizační titrací, která patří k základním metodám odměrné analýzy (volumetrie).

Proběhne-li chemická reakce kvantitativně, zreagují právě chemicky ekvivalentní látková množství stanovované látky a titračního činidla (titrantu), která odpovídají poměru látkových množství vyjádřených chemickou rovnicí. Teoreticky je titrace ukončena v tzv. **ekvivalenčním bodě**, kdy jsou reagující složky přítomny právě ve stechiometrických poměrech odpovídajících příslušné reakci, která je podkladem daného stanovení. V praxi však nelze přidávat nekonečně malé objemy odměrného roztoku, navíc je stanovení zatíženo chybami měření – získáváme hodnotu označovanou jako konec titrace.

Při vhodně zvolené metodě stanovení a přesném dodržení pracovního postupu by se měl konec titrace co nejvíce přiblížit teoretické hodnotě odpovídající ekvivalenci.

Chemická reakce vhodná pro odměrné stanovení musí vyhovovat následujícím požadavkům:

1. Musí probíhat jednoznačně a kvantitativně, rovnovážný stav musí být posunut tak, aby množství nezreagovaných reaktantů bylo zanedbatelné.

2. Rychlost reakce musí být velká, reakce by měla proběhnout prakticky okamžitě.

3. Konec titrace musí být snadno zjištělný. Pokud při chemické reakci, která je podstatou odměrného stanovení, neprobíhají zrakem pozorovatelné změny, je třeba ozřejmit konec titrace vhodnou indikační metodou. Rozeznáváme:

a) subjektivní metody, tj. vizuální indikace za použití indikátoru;

b) objektivní instrumentální metody;

Subjektivními indikačními metodami lze určit jen konec titrace, který se ne vždy shoduje s bodem ekvivalence. Proto je důležité sledovat změny probíhající v roztoku vzorku během celé titrace, zvláště pak v blízkosti bodu ekvivalence. Tyto změny zachycuje titrační křivka.

Při neutralizační odměrné analýze sledujeme změny pH roztoku v průběhu reakce kyseliny a zásady.

Neutralizační indikátory jsou slabé organické kyseliny (nebo zásady), jejichž odpovídající konjugované zásady (nebo kyseliny) se výrazně liší zbarvením. Pozorované zbarvení roztoku závisí na poměru koncentrací ionizované

a neionizované formy indikátoru. Oblast pH, ve které nastává pozorovatelná změna zabarvení indikátoru, se nazývá oblast barevného přechodu (funkční oblast indikátoru). Indikátor pro danou titraci volíme tak, aby oblast jeho barevného přechodu odpovídala pH v okolí bodu ekvivalence na titrační křivce.

Neutralizační odměrná analýza se dělí na acidimetrii a alkalimetrii. Acidimetricky se stanovují zásady odměrnými roztoky kyselin. Nejčastěji se používají odměrné roztoky kyseliny chlorovodíkové nebo sírové.

Chemikálie používané k přípravě odměrných roztoků však nejsou vždy dostatečně čisté, koncentraci roztoků proto známe jen přibližně. Pro stanovení přesné hodnoty koncentrace titrantu v odměrném roztoku se používají tzv. základní látky (standards). Jsou to chemikálie čistoty alespoň 99,99% s dobře definovaným a stálým složením. Nesmí být hygroskopické, oxidovat se na vzduchu, reagovat s  $\text{CO}_2$  apod.

Přesnou koncentraci titrantu v odměrném roztoku můžeme stanovit:

a) odměrným roztokem jiného vhodného titrantu, jehož přesnou koncentraci známe (tj. tzv. sekundárním standardem);

b) titrací přesné navážky pevné základní látky (primárního standardu – viz úloha 3.8.2)

Při acidimetrii jsou nejčastěji užívanými primárními standardy hydrogenuhličitan draselný, uhličitan sodný, šťavelan (oxalát) sodný a dekahydrát tetraboritanu disodného.

Hlavnímu úkolu – stanovení alkality pitné vody předchází v tomto cvičení příprava odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol.dm}^{-3}$  a stanovení jeho přesné látkové koncentrace.

Při výpočtu objemu koncentrované  $\text{HCl}$  potřebného k přípravě daného objemu odměrného roztoku o známé koncentraci je vhodné postupně vypočítat:

a) látkové množství  $\text{HCl}$

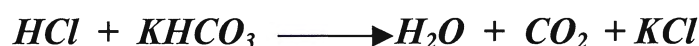
b) hmotnost  $\text{HCl}$

c) hmotnost koncentrované  $\text{HCl}$

d) objem koncentrované  $\text{HCl}$

Při stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku  $\text{HCl}$  se používá jako primární standard hydrogenuhličitan draselný.

Reakci probíhající při titraci vyjadřuje chemická rovnice



Při tomto stanovení je třeba použít indikátor s barevným přechodem v kyselé oblasti, např. methyloaranž.

Acidimetrické stanovení alkality pitné vody je jednou z kontrolních metod zjišťování kvality vody.

*Alkalitu vypočteme podle vzorce:*

$$c(\text{OH}^-) = \frac{V_2 \cdot c(\text{HCl})}{V_1} \cdot 1000$$

*$V_2$  ..... je průměrný objem spotřebovaného odměrného roztoku ( $\text{cm}^3$ )*

*$c(\text{HCl})$  ..... je koncentrace odměrného roztoku ( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )*

*$V_1$  ..... je objem vzorku zkoumané vody ( $\text{cm}^3$ )*

### **3.8.1. PŘÍPRAVA ODMĚRNÉHO ROZTOKU KYSELINY CHLOROVODÍKOVÉ**

#### **Pomůcky**

předvážky, navažovací lodička, lžička, kádinka, odměrný válec, skleněná tyčinka, kádinka, odměrná baňka ( $500 \text{ cm}^3$ ), titrační baňka, byreta, stojan, držák na byretu, trojnožka, síťka s keramickou vložkou, kahan

#### **Chemikálie**

kyselina chlorovodíková (koncentrovaná), hydrogenuhličitan draselný, methyloranž

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Vypočítejte objem koncentrované HCl potřebný pro přípravu určeného objemu roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci  $0,5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ .
- Vypočtený objem koncentrované HCl odměřte odměrným válcem, vlijte do odměrné baňky částečně naplněné destilovanou vodou (asi  $100 \text{ cm}^3$ ), doplňte destilovanou vodou po značku.
- Připravený roztok přelijte do čisté a suché zásobní láhve se skleněnou zátkou, na láhev nalepte štítek s údaji o připraveném roztoku.



### 3.8.2. STANOVENÍ PŘESNÉ LÁTKOVÉ KONCENTRACE HCl

#### Pomůcky

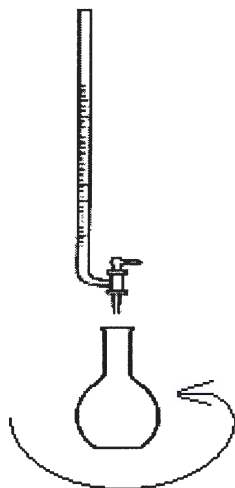
navážovací lodička, analytické váhy, lžička, stříčka, titrační baňka, stojan, byreta, kádinka, kahan, síťka s keramickou vložkou

#### Chemikálie

hydrogenuhličitan draselný, methylovanž, připravený odměrný roztok HCl

#### PRACOVNÍ POSTUP

- S přesností na desetiny miligramu navažte hydrogenuhličitan draselný, vysušený při 90 až 100 °C. Vhodná navážka je 0,9–1,1 g  $\text{KHCO}_3$ .
- Navážku kvantitativně spláchněte do titrační baňky a krouživým pohybem baňky rozpustěte asi ve 30 cm<sup>3</sup> destilované vody.
- Do roztoku  $\text{KHCO}_3$  přidejte 2 kapky roztoku methylové oranže.
- Čistou byretu dvakrát až třikrát propláchněte připraveným roztokem HCl a potom jím byretu naplňte až na horní nulovou značku.
- Roztok  $\text{KHCO}_3$  titrujte připraveným roztokem HCl až do změny žluté barvy roztoku na oranžově červenou.
- Roztok opatrně zahřejte k varu, čímž z něj vypudíte  $\text{CO}_2$ .
- Pokud roztok po vychladnutí znovu zežloutne, opět jej dotitrujte.
- Zaznamenejte zjištěnou spotřebu roztoku HCl a vypočítejte přesnou látkovou koncentraci HCl.
- Celý postup opakujte ještě dvakrát, ze tří získaných hodnot vypočítejte aritmetický průměr  $c(\text{HCl})$ , přesnou látkovou koncentraci HCl zapište na štítek láhve.



Obr. 21 Titrace

### 3.8.3. STANOVENÍ ALKALITY PITNÉ VODY TITRACÍ

#### **Pomůcky**

odměrná baňka (500 cm<sup>3</sup>), pipeta, stojan, byreta, odměrný válec, kádinka, nálevka, titrační baňka

#### **Chemikálie**

odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové, roztok methylové oranže, vzorek vody

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Baňku s připraveným roztokem uzátkujte a převrácením obsah promíchejte.
- Připraveným odměrným roztokem plňte byretu. Jako indikátor při stanovení alkality pitné vody použijte roztok methylové oranže.
- Sestavte aparaturu pro titraci.
- Do titrační baňky odměřte odměrným válcem zkoumanou vodu o objemu 100 cm<sup>3</sup> (V<sub>1</sub>) a přidejte 3 kapky roztoku methylové oranže.
- Zkoumanou vodu titrujte odměrným roztokem po kapkách za stálého protřepávání až do změny zbarvení. Zaznamenejte objem spotřebovaného odměrného roztoku (V<sub>2</sub>). První titrace je orientační.
- Titraci proveďte ještě dvakrát, pro stanovení alkality pitné vody použijte průměrnou hodnotu všech tří titrací.

### 3.8.4. STANOVENÍ pH VODY

#### **Pomůcky**

pH-metr

#### **Chemikálie**

kalibrační roztoky

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Stanovte pH vody pH-metrem a zjištěnou hodnotu srovnejte s hodnotou, kterou jste zjistili titrační metodou.
- Zhodnoťte přesnost obou metod.

### 3.9. Porovnání vážkové, plynoměrné a titrační metody stanovení uhličitanu vápenatého

#### TEORETICKÝ ÚVOD

Hmotnost uhličitanu vápenatého, který zreaguje s kyselinou chlorovodíkovou podle rovnice



lze zjistit 3 způsoby: vážkovým stanovením (přímá metoda), plynoměrným a titračním stanovením (nepřímé metody).

V pracovním postupu je uveden význam symbolů  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $V_1$ ,  $V_2$ .

Při vážkovém stanovením vypočtete z rozdílu zjištěných hmotností  $m_1, m_2$ :

- hmotnost oxidu uhličitého, který se uvolnil při měření ( $m_3$ )
- hmotnost uhličitanu vápenatého ( $m_4$ ), který zreagoval s kyselinou chlorovodíkovou za vzniku oxidu uhličitého ( $m_3$ )

Při plynoměrné metodě se hmotnost uhličitanu vápenatého ( $m_5$ ) vypočte z odměřeného objemu oxidu uhličitého  $V_1$ , který se při reakci uvolnil.

Podstatou titrační metody stanovení hmotnosti uhličitanu vápenatého ( $m_6$ ) je zpětná titrace nadbytečného množství kyseliny chlorovodíkové odměrným roztokem NaOH.

#### Pomůcky

analytické váhy, lžička na chemikálie, navažovací lodička, malá zkumavka, kuželová baňka (250 cm<sup>3</sup>), odměrný válec (250 cm<sup>3</sup>), skleněná vana, skleněné trubičky, zátky a spojovací hadičky pro aparaturu podle obrázku 22, nedělená pipeta (20 cm<sup>3</sup>), byreta, nálevka, stojan s držákem na byretu, pryžový balónek

#### Chemikálie

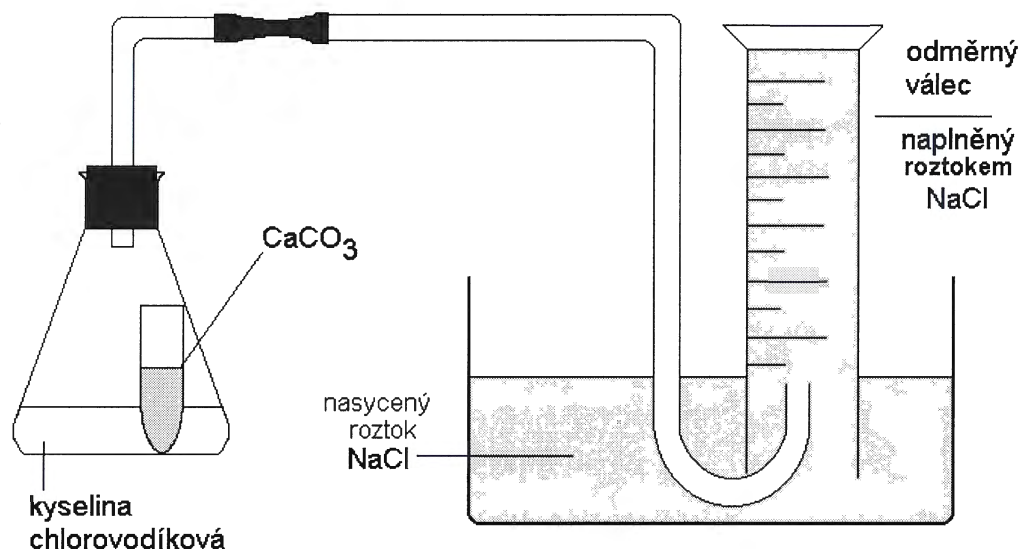
uhličitan vápenatý (práškový), odměrný roztok kyseliny chlorovodíkové ( $c = 2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ), odměrný roztok hydroxidu sodného ( $c = 1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ), roztok fenolftaleinu, nasycený roztok chloridu sodného

#### PRACOVNÍ POSTUP

- Do kuželové baňky odměřte pipetou 20 cm<sup>3</sup> odměrného roztoku kyseliny chlorovodíkové.
- Do malé zkumavky navažte 0,9-1,1 g uhličitanu vápenatého s analytickou přesností tj. na 4 desetinná místa. Malou zkumavku

vsuňte po stěně kuželové baňky dovnitř baňky. Dbejte, aby nedošlo ke styku obsahu zkumavky s kyselinou.

- Změřte a zaznamenejte hmotnost baňky s kyselinou a uhličitánem ( $m_1$ ).
- Potom baňku uzavřete zátkou a sestavte další části aparatury.



Obr. 22 Aparatura pro stanovení  $\text{CaCO}_3$

- Zkontrolujte, zda aparatura těsní.
- Baňku opatrně nakloňte tak, aby se kyselina dostala do styku s uhličitánem vápenatým. Jakmile zreaguje všechen uhličitán vápenatý ze zkumavky (z aparatury již neuniká plyn, který jímáte nad roztokem chloridu sodného do odměrného válce), ponechte aparaturu 5 minut v klidu. Potom odečtěte a zaznamenejte objem plynu ( $V_1$ ), který vznikl reakcí uhličitánu s kyselinou.
- Sestavenou aparaturu rozeberte a roztok chloridu sodného nalijte zpět do zásobní láhve.
- Pryžovým balónkem foukněte do baňky s produkty reakce vzduch a takto z ní odstraňte oxid uhličitý. Potom hmotnost baňky změřte a zaznamenejte ji ( $m_2$ ).
- Roztok s produkty reakce zřeďte v baňce asi  $50 \text{ cm}^3$  destilované vody a přidejte 2 až 3 kapky roztoku fenolftaleinu. Směs v baňce potom titrujte odměrným roztokem hydroxidu sodného do prvního trvale růžového zabarvení roztoku. Spotřebu odměrného roztoku hydroxidu sodného při titraci zaznamenejte ( $V_2$ ).



- Zjištěné hodnoty přehledně запиšte podle vzoru do tabulky.
- Porovnejte přesnost užitých metod stanovení uhličitanu vápenatého.

| Výsledky                                     | Metoda             |                         |                    |
|----------------------------------------------|--------------------|-------------------------|--------------------|
|                                              | vážková            | plynoměrná              | titrační           |
| Stanovená hmotnost uhličitanu vápenatého v g | $m_4 = \dots\dots$ | $m_5 = \dots\dots\dots$ | $m_6 = \dots\dots$ |

## 3.10. Frakční destilace

### TEORETICKÝ ÚVOD

Destilace je fyzikální způsob dělení a čištění kapalných látek na základě rozdílné teploty varu. Teplota varu je teplota, při níž se tlak nasycené páry rovná vnějšímu (např. atmosférickému) tlaku.

Při destilaci převedeme kapalnou látku varem do plynného skupenství a potom opět zkapalníme v jiné části aparatury. Destilací můžeme mimo jiné oddělit těkavé rozpouštědlo od rozpuštěných prakticky netěkavých látek. Dvě navzájem nemísitelné kapaliny oddělíme tím lépe, čím větší je rozdíl jejich teplot varu.

Látky, jimiž je kapalina znečištěna, mohou mít buď teplotu varu nižší (těkavější látky), nebo vyšší (méně těkavé kapaliny nebo rozpuštěné tuhé látky). Nečistoty s nižší teplotou varu tvoří proto první podíl destilátu, kdežto nečistoty s vyšší teplotou varu než má destilovaná kapalina zůstávají jako konečný podíl ve frakční baňce. Proto při čištění látek destilací oddělíme první podíl destilátu, zvláště jímáme pouze tzv. střední frakci a destilaci ukončíme dřív, než oddestiluje všechna kapalina, aby z frakční baňky nezačaly destilovat méně těkavé nečistoty, které tam zbyly. Během destilace je třeba pečlivě sledovat vzrůst teploty;

Grafickým vyjádřením závislosti teploty na čase je tzv. destilační křivka (viz obr. 23).

#### **Rozeznáváme různé způsoby destilace:**

##### **Destilace prostá (jednoduchá)**

Používá se k oddělování kapalin (kapaliny), jež se značně liší teplotou varu, nebo k oddestilování kapalin od netěkavých příměsí.

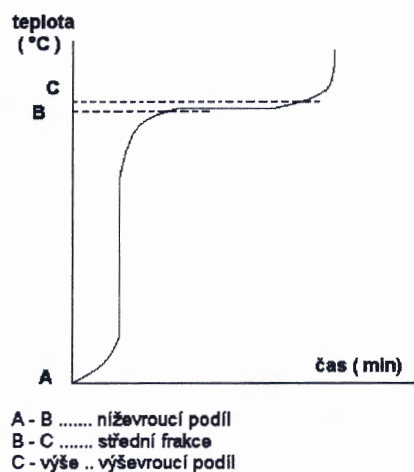
Provádí se zpravidla za atmosférického tlaku.

Destiluje-li se znečištěná kapalina, jímají se obvykle dva podíly - **frakce**:

niževroucí podíl, hlavní podíl  
a v baňce zůstává destilační zbytek.

Aparatura pro jednoduchou destilaci se skládá z varné baňky, chladiče a předlohy. Varná baňka je s chladičem spojena přestupníkem, v němž je teploměr, chladič může být s jímadlem spojen alonží.

Varnou baňku je třeba rovnoměrně zahřívát pomocí vodní, olejové nebo pískové lázně.



**Obr. 23 Destilační křivka**

*Varnou baňku plníme maximálně do dvou třetin objemu a na dno dáváme varná tělíska – keramické střepy, úlomky skleněných trubiček, která zabraňují utajenému varu tj. přehřátí kapaliny nad teplotu varu, aniž nastane viditelný var. Když potom dojde k varu, bývá velmi prudký. Stává se, že při tom kapalina vystříkne z varné baňky až do chladiče a znečistí destilát. Kapalina se přehřeje obvykle tehdy, je-li z ní vypuzen vzduch dříve, než nastane var. Je-li totiž v kapalině dostatek vzduchových bublinek, stanou se centrem klidného vývoje par uvnitř kapaliny. Vzduchové bublinky se nasytí parou, rychle zvětšují svůj objem a stoupají k povrchu kapaliny. Utajenému varu lze zabránit také tím, že pod povrch zahříváné kapaliny zavádíme proud plynu.*

*Intenzitu zahřívání varné baňky regulujeme tak, aby destilát stačil během průchodu chladičem zkondenzovat a pomalu odkapávat. Optimální rychlost destilace na skleněném laboratorním přístroji je asi jedna kapka za sekundu.*

### **Destilace frakční**

*Frakční neboli přerušovaná destilace slouží k dělení směsí látek o různé teplotě varu. Sledujeme teplotu par destilované látky a vyměňováním předlohy jímáme podle teploty varu jednotlivé podíly neboli frakce. Může probíhat buď za tlaku atmosférického nebo sníženého (tzv. vakuová destilace).*

*Tento způsob dělení směsí není příliš dokonalý, protože již při nižší teplotě přechází část výševroucího podílu a dochází k velkým ztrátám. Dokonalejší modifikací je rektifikace – protiproudá destilace s frakční kolonou. Používá se k dělení látek s blízkou teplotou varu. Mezi destilační baňku a přestupník s chladičem se vkládá frakční kolona. Při průchodu kolonou páry výševroucí kapaliny kondenzují a stékají zpět do varné baňky. Do hlavy kolony se dostávají páry kapaliny níževroucí. Páry destilované kapaliny podléhají při průchodu kolonou plynule opakované kondenzaci provázené opakovanými destilacemi.*

*Frakční destilací nelze oddělovat všechny směsi látek s různou teplotou varu. Některé látky, např. směs ethanolu a vody, tvoří konstantně vroucí neboli azeotropní směsi.*

### **Destilace s vodní parou**

*Látky, které jsou nerozpustné ve vodě a mají teplotu varu vyšší než voda, lze destilovat s vodní parou za teploty nižší, než je jejich teplota varu. Destilace probíhá při teplotě, při níž je součet jednotlivých (parciálních) tlaků páry vody a páry destilované látky roven atmosférickému tlaku. Za normálního tlaku tak látka destiluje za podobných podmínek jako při destilaci za sníženého tlaku. Lze tak získat i látky, nesnášející zahřívání na vyšší teploty. Při normální destilaci by se rozkládaly např. sílice a některé aromatické látky (toluen, anilin).*

*Aparatura pro destilaci s vodní parou se liší od aparatury pro jednoduchou destilaci pouze tím, že destilovaná látka v destilační baňce je zahřívána vodní parou, přiváděnou z vyvíječe vodní páry. Jako vyvíječ se používá varná*



baňka, jejímž hrdlem prochází téměř ke dnu delší skleněná pojistná trubice vyrovnávající tlak. Do chladiče se dostává směs vodní páry a destilované látky, která kondenzuje v emulzi. Jestliže se destilovaná látka nemísí s vodou, v předloze se vytvoří dvě vrstvy kapalin, které oddělíme v dělicí nálevce.

## **POZNÁMKY K METODICE PRÁCE**

### **Zásady pro práci se zábrusy :**

- Neutahujte úplně držák se zábrusem. Dbejte, aby zábrusy spojená aparatura nebyla v držácích zkřížena. Volně spojené zábrusové díly neuchycené v držáku se mohou uvolnit a rozbít.
- Spojené díly mají být ze stejného druhu skla. Při nestejně teplotní roztažnosti skla může dojít buď k prasknutí či k “zapečení” zábrusu a součástí aparatury nejdou rozpojit.
- Zábrusy a kohouty mažte jen lehce tukem na zábrusy nebo silikonovou vazelinou. Správně namazaný zábrus po otočení jádra v plášti pouze zprůhlední, nevytlačí však přebytečné mazadlo.
- Mazání je důležité zejména při práci s alkáliemi, které poškozují zábrusy.
- Zábrusy po skončení práce rozeberte.
- Při dlouhodobém uložení spojených zábrusů (kohoutů, lahví se zátkou apod.) mimo provoz je vhodné vložit do nich proti “zapečení” kousky papíru.

### **Práce s laboratorním topným hnízdem:**

- Laboratorní topná hnízda slouží k elektrickému ohřevu obsahu skleněných varných baněk. S výhodou se používají pro práci s hořlavinami. Topné těleso je zhotoveno vetkáním speciálního drátu do skleněné tkaniny ve tvaru normalizovaných baněk a je vyhříváno na 200 až 400 °C. Topné hnízdo se nesmí používat k ohřevu kovových nádob! Pokud dojde k polítní tkaniny tekutinou, je nutné ihned odpojit vidlici ze zásuvky! Do té doby zůstává tkanina vodivá a existuje nebezpečí úrazu elektrickým proudem. Polité hnízdo se po odpojení od sítě vyčistí propláchnutím čistou vodou a vysuší se do sucha proudem teplého vzduchu.
- Vyhřívání se smí zapnout až po vložení baňky s ohřívanou tekutinou! Při malém obsahu baňky stačí zapnout jen vyhřívání spodní části polokoule. Vzhledem k tepelné setrvačnosti topného tělesa je třeba zahřívání regulovat tak, aby došlo ke klidnému varu obsahu baňky. I zde se ovšem používají varné kamínky.



### 3.10.1. FRAKČNÍ DESTILACE PŘIPRAVENÝCH VZORKŮ

#### Pomůcky

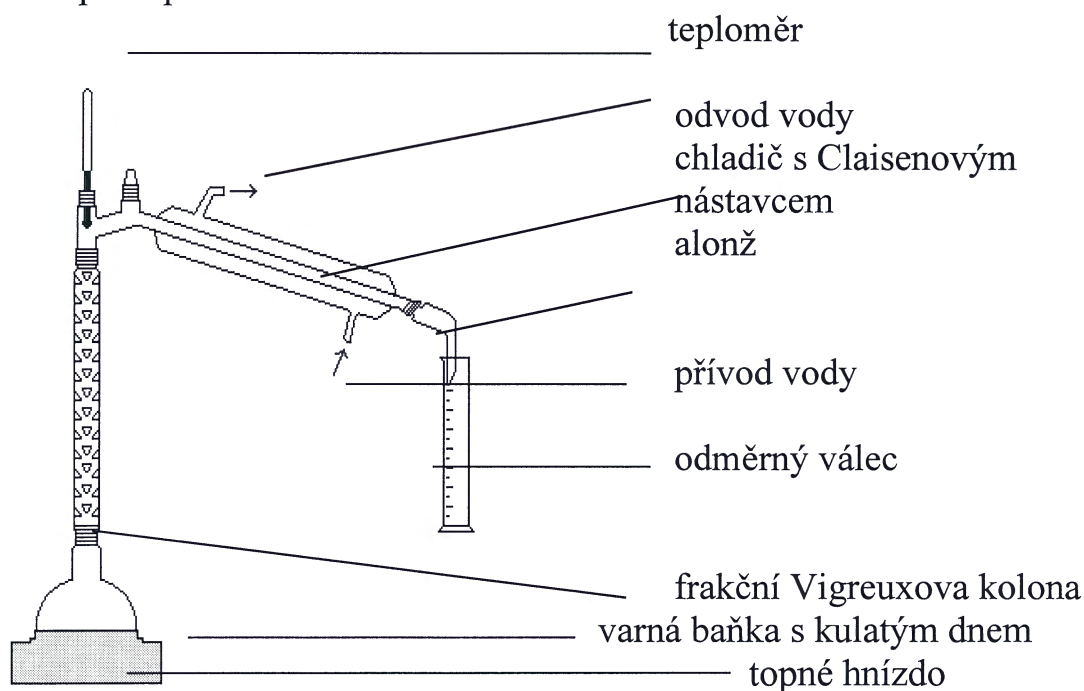
jednotlivé zábrusové části aparatury na frakční destilaci, topné hnízdo, varné kamínky, teploměr

#### Chemikálie

vzorky pro destilaci

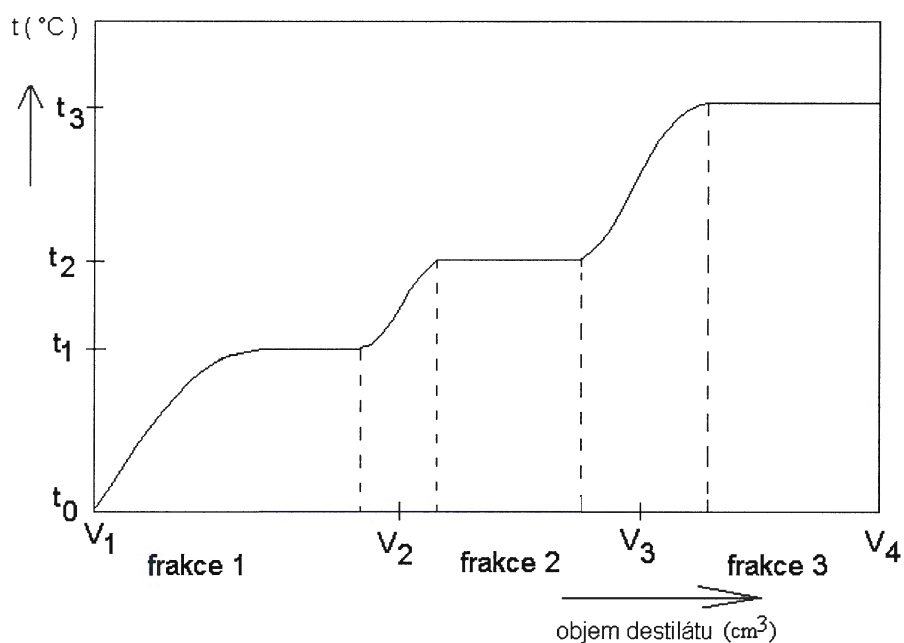
#### PRACOVNÍ POSTUP

- Jednotlivé zábrusové části namažte tukem na zábrusy.
- Do destilační baňky odměřte přesně  $100\text{ cm}^3$  dělené směsi a přidejte varné kamínky.
- Sestavte destilační aparaturu ze zábrusových částí podle obr. 24.
- Použijte destilační baňku o objemu  $250\text{ cm}^3$ , Vigreuxovu frakční kolonu, teploměr, chladič s Claisenovým nástavcem a odměrný válec na  $100\text{ cm}^3$  jako předlohu pro jímání destilátu.
- Zahřívejte postupně, co možná nejrovnoměrněji, aby byl var plynulý a rychlost destilace co nejvyrovnanější.
- Zaznamenejte si počátek destilace, tedy teplotu, při níž začaly páry v chladiči kondenzovat a dále teplotu po predestilování každých pěti mililitrů.
- Při získání asi  $85\text{ cm}^3$  destilátu destilaci ukončete. Pro sestavení destilační křivky předpokládejte, že destilační zbytek by přecházel při teplotě posledního odečtu.



Obr. 24 Schéma destilační aparatury

- Ze získaných hodnot se pokuste vyhodnotit složení destilační směsi podle zásad uvedených u obr. 25 a pokuste se identifikovat jednotlivé frakce podle teploty varu - viz tabulka 3 (příloha).



**Obr. 25 Destilační křivka**

## 3.11. Extrakce

### TEORETICKÝ ÚVOD

Extrakce je jednou ze separačních metod, kterou se odděluje složka (případně složky) kapalně směsi na základě různé rozpustnosti v jiné kapalině, tzv. extrahovadle. Podmínkou dobré selektivity extrakce je, aby se v extrahovadle rozpouštěla jen ta složka, kterou je třeba z původní směsi oddělit.

Extrahovadlo a původní rozpouštědlo se mají navzájem rozpouštět co nejméně, mají být prakticky nemísitelné.

Extrakce může mít průběh přetržitý (diskontinuální) nebo plynulý (kontinuální), může být prováděna za studena nebo za horka. Přetržitá extrakce za studena se také nazývá macerace.

Rozdělení rozpuštěné látky do dvou kapalin, které se stýkají, ale nemísí, vyjadřuje **rozdělovací (NERNSTŮV) zákon**:

Poměr aktivit ( $a$ ) látky rozpuštěné ve dvou stýkajících se nemísitelných kapalinách ( $A, B$ ) je za dané teploty konstantní.

Aktivita ( $a$ ) je veličina charakterizující termodynamické vlastnosti látek v roztocích. V rovnicích popisujících fyzikálně-chemické vlastnosti reálných roztoků nahrazuje aktivita koncentraci, s níž souvisí podle vztahu  $a = \gamma \cdot c$ , kde  $\gamma$  je aktivitní koeficient. Veličina  $a$  byla zavedena proto, aby termodynamické vztahy platné pro ideální roztoky odpovídaly experimentálním údajům pro reálné roztoky. V reálných roztocích na sebe částice vzájemně působí, tento vliv se projevuje výrazněji s rostoucí koncentrací roztoků. V roztocích elektrolytů se projevují zejména elektrostatické síly mezi ionty, v roztocích neelektrolytů mezimolekulové přitažlivé síly. Proto je třeba ve vztazích pro reálné roztoky nahradit koncentraci aktivitou.

Kvantitativně je rozdělovací zákon vyjádřen vztahem pro **rozdělovací koeficient  $K_r$** :

$$K_r = \frac{a_A}{a_B}$$

pro zředěné roztoky:

$$K_r = \frac{c_A}{c_B}$$

kde  $c_A$  je koncentrace látky v rozpouštědle A

$c_B$  je koncentrace látky v rozpouštědle B

Rozdělovací zákon umožňuje nalézt optimální podmínky pro extrakci látky. Pro volbu vhodné dvojice rozpouštědel je vedle hodnoty  $K_r$  a minimální

*vzájemné mísitelnosti významné dostatečně rychlé oddělení dvou přesně ohraničených fází. Účinnější je opakovaná extrakce s malými objemy rozpouštědel.*

*V laboratoři se nejčastěji používá vytřepávání a kontinuální extrakce.*

*Vytřepávání je výhodné při velké hodnotě  $K_r$ , kdy látka ochotně přechází do nového rozpouštědla. Roztok, z něhož má být látka extrahována, se nalije do dělicí nálevky, přilije se rozpouštědlo nemísící se s roztokem. Nálevka se po uzavření protřepává za občasného otevření, aby se vyrovnal vnější přetlak. Po protřepání se nálevka ponechá v klidu až do rozdělení kapalin.*

*Při kontinuální extrakci protéká extrahovanou látkou neustále čerstvé rozpouštědlo. Probíhá-li plynulá extrakce zastudena protiproudně, nazývá se perkolace.*

*Pro dlouhodobé extrakce a pro látky vyžadující mnohonásobné opakování extrakce jsou výhodné extraktory pracující automaticky po mnoho hodin s poměrně malým objemem rozpouštědla.*

### 3.11.1. PŘIBLIŽNÉ STANOVENÍ ROZDĚLOVACÍHO KOEFICIENTU

#### **Pomůcky**

dělicí nálevka, dvě kádinky, pipeta, byreta, nálevka, dvě zábrusové baňky se zátkou, odměrný válec, laboratorní stojan, kruh

#### **Chemikálie**

kyselina salicylová, chloroform, roztok fenolftaleinu, hydroxid sodný ( $c = 0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$ )

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Do dělicí nálevky odměřte  $50 \text{ cm}^3$  destilované vody,  $50 \text{ cm}^3$  chloroformu a přidejte 0,5 g kyseliny salicylové.
- Nálevku uzátkujte a uchopte tak, že kohout je v dlani pravé ruky a levá ruka přidrží zátku. Nálevku otočte stonkem šikmo vzhůru a obsah dobře protřepejte. Nálevku ponechte v této poloze a pravou rukou otevřete kohout, aby se vyrovnal přetlak (případně podtlak) v nálevce. Kohout uzavřete a protřepávání několikrát opakujte.
- Dělicí nálevku otočte stonkem dolů a zavěste ji do laboratorního kruhu, obě fáze nechte oddělit.
- Odzátkujte nálevku, fáze vypusťte odděleně do dvou kádinek.
- Z vodné, tj. horní vrstvy odpipetujte  $20 \text{ cm}^3$  do zábrusové baňky, přidejte 4 kapky indikátoru fenolftaleinu a titrujte z byrety roztokem NaOH do prvního stálého růžového zabarvení. NaOH přidávejte hned od počátku po kapkách, neboť spotřebovaný objem bude velmi malý. Celou titraci ještě 2 x zopakujte.



- Do druhé zábrusové baňky odpipetujte 20 cm<sup>3</sup> chloroformové vrstvy, přidejte 4 kapky indikátoru fenolftaleinu a titrujte z byrety roztokem NaOH. Po každém přidání odměrného roztoku NaOH baňku uzátkujte a protřepejte, protože tvoří dvě oddělené vrstvy. Titrujte opět do růžového zabarvení. Také titraci s roztokem stanovované látky ještě 2 x zopakujte tak, že při dalších stanoveních většinu odměrného roztoku NaOH přidáte najednou a pomalu dotitrujete.
- Vypočtěte aritmetický průměr objemu odměrného roztoku NaOH spotřebovaného při titraci chloroformové vrstvy ( $V_1$ ) a vodné vrstvy ( $V_2$ ).
- Zapište chemickou rovnici reakce kyseliny salicylové s hydroxidem sodným.
- Vypočtěte přibližnou hodnotu rozdělovacího koeficientu  $K_r$ :

$$K_r = \frac{c_1}{c_2} = \frac{V_1}{V_2}$$

kde  $c_1$  je koncentrace kyseliny salicylové v chloroformu

$c_2$  je koncentrace kyseliny salicylové ve vodě

$V_1$  je objem odměrného roztoku NaOH spotřebovaného při titraci chloroformové vrstvy

$V_2$  je objem odměrného roztoku NaOH spotřebovaného při titraci vodné vrstvy

### POZNÁMKA

Toto stanovení rozdělovacího koeficientu je pouze přibližné, platí pouze pro velmi nízké koncentrace roztoků. Při dostatku času můžete úlohu upravit tak, že při zachování všech objemů odvážíte do 3 dělicích nálevek 0,3 g ; 0,5 g a 0,7 g kyseliny salicylové. Pro každou navážku pak stanovíte popsáním způsobem hodnoty  $K_{r1}$ ,  $K_{r2}$  a  $K_{r3}$ .

Sestavíte graf, v němž na ose x budou látková množství kyseliny salicylové

$$n = \frac{m}{M}$$

kde  $m$  je navážka kyseliny salicylové

Na ose y budou hodnoty  $K_r$ . Získanými třemi body proložíte přímkou, extrapolujete na nulovou koncentraci a zjistíte rozdělovací koeficient.

## 3.12. Chromatografie

### TEORETICKÝ ÚVOD

První práce o chromatografii v dnešním pojetí uveřejnil roku 1903 vědec rusko-italského původu M. S. Cvet. Protože metodu použil k dělení barviv, zvolil pro ni název chromatografie. K využití tohoto objevu v analytické a separační chemii došlo až později – chromatografické metody dosáhly největšího rozkvětu v posledních třiceti letech.

Podle účelu lze chromatografii dělit:

- a) **na analytickou** – která slouží k separaci a současně také k analýze vzorku
- b) **na separační** – jejímž cílem je příprava čistých látek

Chromatografie je založena na rozdílné afinitě (příbuznosti, vzájemném vztahu) jednotlivých složek směsi ke dvěma vzájemně nemísitelným fázím. Speciální varianty chromatografie jsou též založeny na jevech probíhajících na iontoměničích. V současnosti patří chromatografické metody k široce propracovaným a často užívaným separačním a současně analytickým metodám. Všechny však mají společný princip: směs látek je ve styku se dvěma vzájemně nemísitelnými fázemi. Přitom jedna fáze je **nepohyblivá – stacionární** (papír, silikagel, modifikovaný silikagel, kapaliny, ionexy nanesené na vhodné porézní nosiče), druhá fáze je **pohyblivá – mobilní** (kapalina nebo plyn).

Chromatografické metody jsou založeny na postupném a mnohonásobném ustavování rovnováh separované směsi mezi fází mobilní a stacionární. V mobilní fázi je rychleji unášena složka s větší afinitou k této fázi, složka s větší afinitou k nepohyblivé fázi se proti ní opoždí.

Chromatografické metody můžeme klasifikovat podle řady hledisek (povahy fází, principu separace, způsobu provedení, pracovního způsobu, účelu. Mezi jednotlivými typy lze někdy jen obtížně vést ostrou hranici; často se sobě podobají technickým provedením, současně se může uplatňovat více vlivů.

#### **Orientační rozdělení chromatografických metod:**

#### **A) PODLE POVAHY FÁZÍ:**

##### **1. PLYNOVÁ CHROMATOGRAFIE GC**

Tato separační a současně analytická metoda umožňuje analýzu plyných vzorků, popř. kapalných vzorků, pokud je lze před separací převést v páry. Separace se uskutečňuje v soustavě plyn – tuhá fáze (GSC) nebo plyn – kapalina (GLC). V obou případech je mobilní fáze plynná, nazývá se **nosný plyn** (nejčastěji, dusík, helium, argon, vodík, oxid uhličitý). Stacionární fáze je tvořena

*buď tuhým sorbentem, nebo zakotvenou kapalnou fází na inertním nosiči (křemelině) a je umístěna v chromatografické koloně. Zde dochází k rozdělení směsi na jednotlivé složky vlivem interakce složek vzorku s náplní kolony. Přístroj pracuje eluční metodou (viz dále), složky směsi jsou proudem nosného plynu unášeny z kolony do detektoru, který bývá přímo spojen se zapisovačem, příp. vyhodnocovacím zařízením.*

## **2. KAPALINOVÁ CHROMATOGRAFIE LC**

*U této metody je mobilní fází kapalina. Stacionární fází může být buď tuhá látka (LSC), nebo kapalina zakotvená na inertním nosiči (LLC).*

### **B) PODLE PRINCIPU SEPARACE:**

#### **1. ROZDĚLOVACÍ CHROMATOGRAFIE**

*K dělení směsi mezi stacionární a mobilní fází dochází v důsledku rozdělovacích rovnováh, charakterizovaných rozdělovací (distribuční) konstantou  $K_D$ .*

$$(K_D)_A = \frac{(a_A)_s}{(a_A)_m} = \lim_{[A] \rightarrow 0} \frac{[A]_s}{[A]_m}$$

*kde :  $(a_A)_s$  je aktivita separované látky ve stacionární fází*

*$(a_A)_m$  je aktivita téže látky ve fází mobilní*

*Při dostatečném zředění, běžném u analytický obvyklých koncentrací, můžeme aktivitu nahradit látkovými koncentracemi  $[A]_s$  a  $[A]_m$ .*

*K rozdělovací chromatografii je třeba nosič (pevná látka) a dvě nemísitelné kapaliny. Stacionární fází je kapalina zakotvená na nosiči. Mobilní fáze musí být nemísitelná se stacionární fází, aby ji během průchodu nerozpouštěla a nevymývala se z kolony. Proto mají fáze rozdílnou polaritu: stacionární fáze bývá obvykle polární (voda, formamid apod.), mobilní nepolární*

*Pozn. zakotvené kapaliny jsou zadržovány na nosiči pouze fyzikálními silami. Chemicky vázané kapaliny jsou k nosiči poutány pevněji, nejsou vymývány z kolony mobilní fází – v tomto případě nemusí být splněn požadavek vzájemné nemísitelnosti fází.)*

#### **2. ADSORPČNÍ CHROMATOGRAFIE**

*Řídicím mechanismem je adsorpce chromatografovaných látek na povrchu adsorbentu, k dělení dochází opět v důsledku rozdílné adsorpční afinity složek vzorku k mobilní fází a použitému sorbentu.*

*Směs sorbovaná na tuhém sorbentu se vymývá – eluuje – rozpouštědlem; nejdříve se eluují slaběji poutané složky směsi.*



Jako sorbenty se používají látky polární (oxid hlinitý, silikagel, celulóza, škrob apod.) i nepolární (aktivní uhlí, modifikovaný silikagel). Adsorbent nesmí reagovat s dělenými látkami ani s rozpouštědly.

Pevnost adsorpce do značné míry ovlivňují rozpouštědla. Např. polární rozpouštědla se pevněji vážou na polární adsorbenty. Volba adsorbentu a rozpouštědel závisí na charakteru dělených látek.

### 3. IONEXOVÁ (IONTOVĚ VÝMĚNNÁ) CHROMATOGRRAFIE

Podstatou metody je výměna iontů mezi mobilní, obvykle vodnou fází a funkčními skupinami pevné fáze – ionexu. V praxi se užívají jako ionexy (měniče iontů) nejčastěji syntetické pryskyřice, které mají výměnné (ionogenní) funkční skupiny kyselého nebo zásaditého charakteru. Podle těchto funkčních skupin rozlišujeme měniče kationtů – **katexy** a měniče aniontů – **anexy**.

Katexy obsahují funkční skupiny kyselého charakteru (např.  $-\text{SO}_3\text{H}$ ,  $-\text{COOH}$ ), anexy funkční skupiny bazického charakteru (např.  $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_3\text{OH}$ ).

Podstatou iontové výměny je schopnost ionexu uvolnit do roztoku určitý ion výměnou za jiný, nacházející se v roztoku. Při sorpci jednoho iontu tedy současně nastává desorpce jiného iontu, který byl předtím vázán měničem. Výměna iontů probíhá stechiometricky (např.  $2\text{Na}^+ \rightarrow \text{Ca}^{2+}$ ), výchozí elektroneutralita je zachována i po výměně iontů. Afinity ionexů k jednotlivým iontům závisí na povaze iontoměníče, oxidačním čísle iontu, jeho velikosti a koncentraci v roztoku. Všechny reakce probíhající při výměně iontů jsou vratné, o směru reakce rozhoduje nejen afinita iontů k ionexu, ale především koncentrace iontů.

Ionexy se používají při analýze anorganických i organických látek, častým úkolem je zachycení určité složky (např. stopových množství iontů z velkého objemu roztoku). Následujícím promytím (elucí) ionexu vhodným elučním činidlem se získá koncentrovaný roztok sorbovaných iontů, ve kterém se již ionty mohou stanovit (např. stanovení stop mědi v mléce, těžkých kovů ve víně, Bi a Au v mořské vodě).

K úplnému oddělení určitého iontu je vhodné využít ionexovou kolonu. Vyměnitelné ionty se zachytí v koloně, nevyměnitelné se odstraní z kolony elucí vhodným roztokem. Zachycené (sorbované) ionty se poté eluují z kolony roztokem jiného složení, tzv. elučním činidlem. Ionty vázané na měniči se přitom vymění za ionty elučního činidla.

### 4. GELOVÁ CHROMATOGRRAFIE

Gelová chromatografie je separační metoda, při dělení látek se uplatňuje molekulově síťový efekt (viz dále). Rozhodující úlohu má relativní molekulová hmotnost separovaných látek.

Gelová chromatografie se nejčastěji používá v sloupcovém uspořádání. Stacionární fází tvoří gel, který je nasycen mobilní fází a uložen v koloně. Velikost pórů gelu je srovnatelná s velikostí molekul, které mají být odděleny. Se-



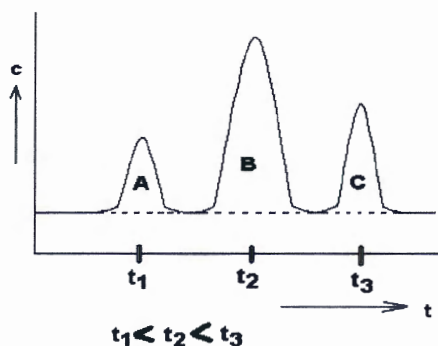
parace nastává v důsledku rozdílu ve velikosti a tvaru molekul: dostatečně malé molekuly mohou pronikat do pórů gelu, větší molekuly zůstávají v prostoru mezi částicemi gelu – uplatňuje se molekulově síťový efekt. Při průchodu mobilní fází kolonou se pohyb malých molekul zpomaluje, protože pronikají příliš hluboko do pórů gelu a „opožďují se“. Velké molekuly naopak nemohou pronikat do gelu, takže se pohybují rychleji. Pouze molekuly velikosti srovnatelné s velikostí pórů jsou efektivně rozděleny. Složky směsi opouštějí kolonu naplněnou částicemi gelu v pořadí podle své klesající molekulové hmotnosti – nejprve největší molekuly a nakonec ty nejmenší.

### C) PODLE PRACOVNÍHO ZPŮSOBU:

Podle tohoto kritéria se chromatografie dělí na eluční, frontální a vytěšňovací. Podstatu uvedených pracovních způsobů vysvětlíme na tříložkové směsi látek  $A + B + C$ , v níž látka  $A$  má nejnižší a látka  $C$  nejvyšší afinitu ke stacionární fázi.

#### 1. ELUČNÍ METODA

Do soustavy se uvede určité množství směsi látek  $A + B + C$ , za ním se uvádí mobilní fáze. Látka  $A$  bude vymyta ze soustavy mobilní fází jako první, po ní se vymyje látka  $B$  a nakonec látka  $C$ . **Chromatogram** = grafické znázornění závislosti koncentrace separovaných látek (měřeno na výstupu ze soustavy) na čase, který uplynul od počátku děje (startu). Vzdálenost maxima eluční křivky (píky) od startu (okamžiku dávkování) charakterizuje kvalitu látek, plocha píky je úměrná kvantitativnímu zastoupení látky ve směsi.

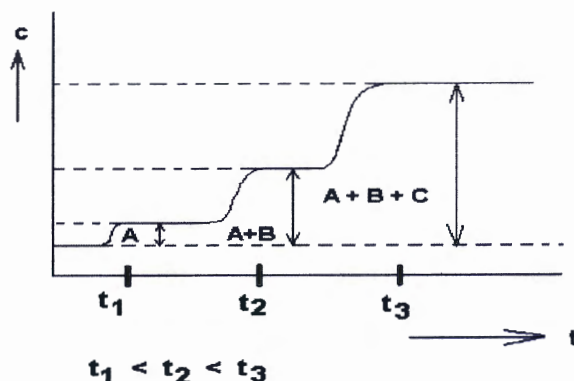


Obr. 26 Chromatografická křivka při eluční chromatografii

## 2. Frontální metoda

Do soustavy se uvádí směs  $A + B + C$  kontinuálně spolu s mobilní fází. Uvnitř kolony se ustaví rovnováha a složky se rozdělí podle svých distribučních konstant. Jako první je eluována složka  $A$ , která je nejméně sorbována ve stacionární fázi; po určité době se přidá složka  $B$  a je eluována směs  $A + B$ .

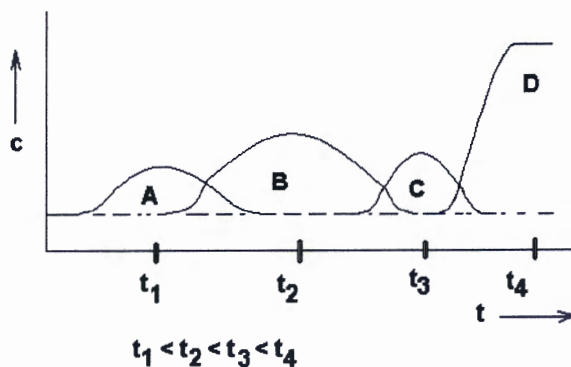
Po delší době vychází ze soustavy původní směs všech tří látek (viz obr. 27).



Obr. 27 Chromatografická křivka při frontální chromatografii

## 3. Vytěšňovací metoda

Do soustavy se uvede spolu s mobilní fází takové množství směsi  $A + B + C$ , aby se v soustavě zachytilo. Potom se do soustavy uvede látka  $D$ , která má vyšší afinitu ke stacionární fázi než kterákoli ze složek separované směsi. Látka  $D$  se tedy bude v soustavě přednostně zachycovat a bude postupně vytěšňovat ostatní látky. Nejprve vytěsňuje látku  $A$ , potom látku  $B$  a nakonec látku  $C$ . Jako poslední se objeví na výstupu ze soustavy i látka  $D$  (viz obr. 28).



Obr. 28 Chromatografická křivka při vytěšňovací chromatografii

### D) PODLE ZPŮSOBU PROVEDENÍ:

Podle uspořádání stacionární fáze rozlišujeme chromatografii:

#### 1.sloupcovou neboli kolonovou (CC)

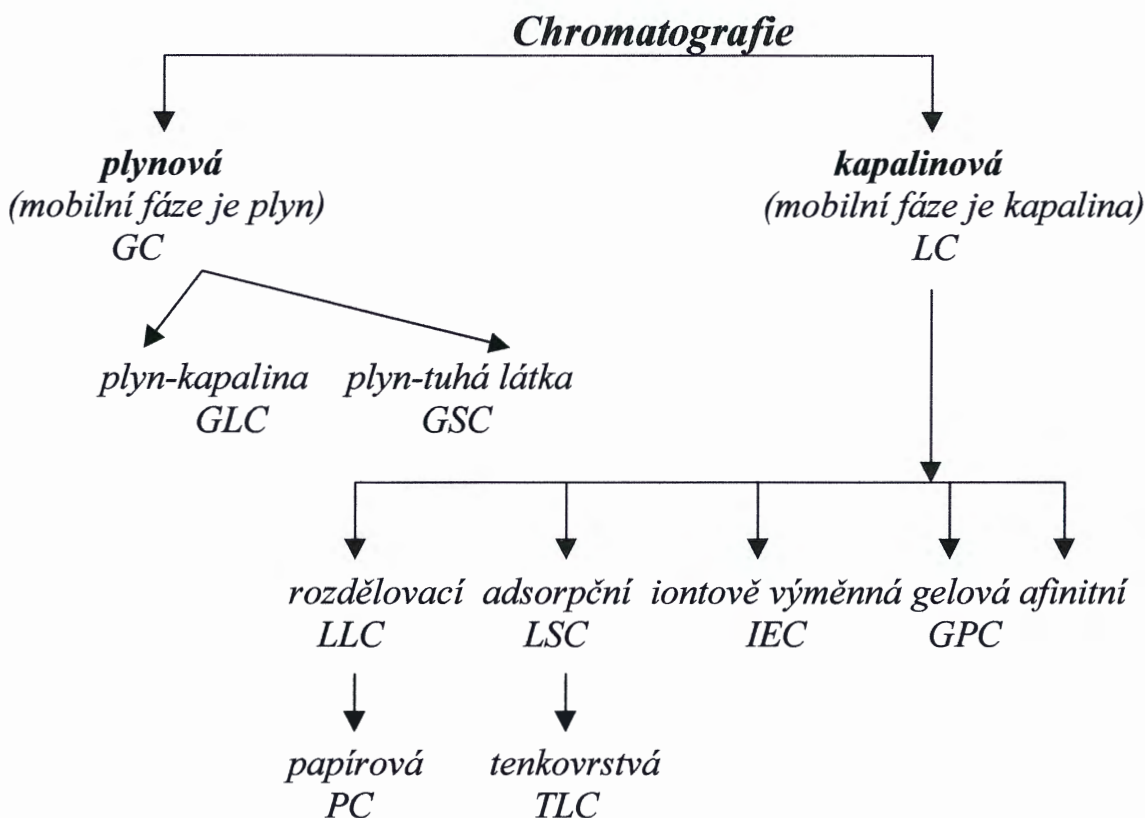
**2. v plošném uspořádání (FBC), kterou dále dělíme na:**

**A) PAPIROVOU (PC);**

**B) TENKOVrstvou (TLC)**

*Ve vztahu k rozdělení podle povahy fází je zřejmé, že plynová chromatografie může být pouze typu CC (Column chromatography), zatímco kapalinová chromatografie může být typu CC i FBC (Flat bed chromatography).*

### **ROZDĚLENÍ CHROMATOGRAFICKÝCH METOD:**



**+) afinitní chromatografie** využívá specifické schopnosti biologicky aktivních látek reverzibilně vázat jiné látky.

*V průběhu studia se seznámíte s řadou chromatografických metod. Vzhledem k zaměření tohoto cvičení se dále soustředíme jen na chromatografii v plošném uspořádání, především na PC.*

**Při papírové chromatografii** je stacionární fází speciální chromatografický papír (vyrábějí se speciální filtrační papíry vysoké čistoty a definované tloušťky, pórovitosti i uspořádání celulosových vláken, aby naměřené údaje byly reprodukovatelné; nejčastěji se používá papír Whatman č.1).

*Celulosa vláken nesušeného chromatografického papíru obsahují dostatek vody – vodu lze považovat za kapalnou stacionární fází a papír za inertní*

nosič. Je však možné zakotvit i nepolární kapalnou fázi. PC se zakotvenou vodnou fází je však výhodnější; chromatografický papír se nemusí upravovat – potřebné množství vody obsahuje již z výroby, příp. získává ze vzdušné vlhkosti.

**Při chromatografii na tenkých vrstvách** je stacionární fází nejčastěji tuhý adsorbent. Desky pro TLC se vyrábějí komerčně nebo je lze připravit nanesením suspenze adsorbentu a pojiva na podložku ze skla, plastů nebo hliníku. Vhodná tloušťka vrstvy adsorbentu je v rozmezí 150 – 500  $\mu\text{m}$ .

Na papír či tenkou vrstvu se kapilární pipetkou nanáší vzorek rozpuštěný v těkavém rozpouštědle tak, aby plocha skvrny byla po odpaření rozpouštědla co nejmenší. Před vyvíjením se musí rozpouštědlo z naneseného vzorku odpařit.

Podle postupu mobilní fáze při vyvíjení rozlišujeme chromatografii:

- a) **jednorozměrnou** (při uvádění mobilní fáze shora se označuje jako sestupná, při uvádění zdola jako vzestupná)
- b) **dvourozměrnou** (nejprve se působí jedním rozpouštědlem v jednom směru, po vysušení pak druhým rozpouštědlem kolmo na první směr)
- c) **kruhovou** - papír nebo tenká vrstva je v horizontální poloze, mobilní fáze se přivádí do středu plochy, kam byl rovněž nanesen vzorek; mobilní fáze postupuje rovnoměrně – do kruhu)

Při FBC trvá vyvíjení několik minut (TLC) až několik hodin (PC).

Pokud nejsou látky samy barevné, je třeba jednotlivé skvrny detegovat vhodnou barevnou reakcí, luminiscenčně (ozáření UV-výbojkou) aj.

Pro kvalitativní vyhodnocení rozdělených látek se používá v PC i TLC hodnota  $R_F$  – retardační faktor (retenční) (symbol  $R_F$  je odvozen z výrazu ratio of fronts, ratio = poměr, front = čelo).

$$R_F = \frac{a}{b}$$

kde a je vzdálenost středu oddělené skvrny od místa nanesení dělené směsi, tj. od startu

b je vzdálenost čela mobilní fáze od startu.

Poloha skvrny je pro látku v dané rozpouštědlové soustavě charakteristická.

Přes řadu shodných znaků se TLC a PC liší převládajícím řídicím mechanismem separace. Při PC převládá rozdělování v systému kapalina – kapalina (např. voda jako kapalná stacionární fáze + kapalná mobilní fáze).

Při TLC je zpravidla řídicím mechanismem adsorpce na tuhém sorbentu.



*V praxi není rozhodnutí jednoznačné: při TLC se může vedle adsorpce uplatnit i rozdělovací chromatografie, např. pokud tuhý sorbent váže vodu z atmosférické vlhkosti. Pokud při TLC převládá rozdělování, je pevný materiál napojen zakotvenou fází, ale nemusí vykazovat adsorpční vlastnosti – je pouze nosičem.*

*V této úloze si vyzkoušíte chromatografii na tenké vrstvě. Barviva budete rozdělovat na tenké vrstvě oxidu hlinitého, jako rozpouštědlový systém použijete chloroform.*

*V druhém úkolu rozdělíte ionty papírovou chromatografií v rozpouštědlovém systému aceton – HCl. Pro zlepšení detekce se využívá reakcí iontů s amoniakem.*

### 3.12.1. CHROMATOGRAFIE NA TENKÉ VRSTVĚ

#### **Pomůcky**

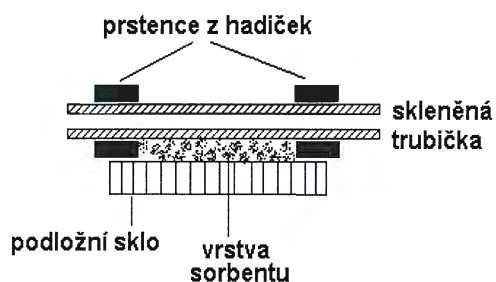
podložní sklo, Petriho misky, sada různobarevných fixů, skleněná trubička

#### **Chemikálie**

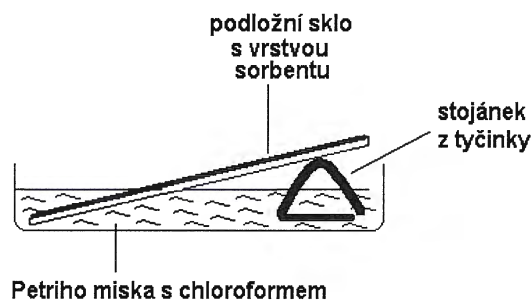
oxid hlinitý (pro chromatografii), chloroform

#### **PRACOVNÍ POSTUP**

- Nejříve připravte směs barviv z různobarevných fixů.
- Na papíře vyšrafujte malé plochy fixy různých barev, vystříhněte a vyluhujte v malém množství chloroformu (je nutné pracovat v digestoři) tak dlouho, až získáte směs barviv.
- Tenkou sypanou vrstvu oxidu hlinitého (pro chromatografii) připravíte na podložním skle, které posypete odhadnutým množstvím sorbentu a rozválíte do tenké vrstvy skleněnou trubičkou, na niž jste navlékli dva kousky hadičky (jejich tloušťka určuje tloušťku vrstvy, jejich vzdálenost šířku vrstvy) (viz obr. 29).
- Poté si připravte stojánek ze skleněné tyčinky na podložení skla s vrstvou oxidu hlinitého (viz obr. 30).
- Do kapiláry nasajte roztok směsi barviv a kápněte ho na vrstvu asi 1 cm od užší hrany.
- Sklo i s vrstvou opatrně přeneste do Petriho misky s chloroformem na dně, kde je podložte stojánkem ze skleněné tyčinky skloněné pod úhlem asi 20 až 30° tak, aby jedna hrana byla ponořena v chloroformu a vzorek zůstal nad hladinou (viz obr. 30).



Obr. 29 Příprava vrstvy sorbentu



Obr. 30 Soustava pro chromatografii

➤ Misku zakryjte; až čelo rozpouštědla dorazí k hornímu okraji vrstvy, sklo vyjměte a zhodnoťte výsledek dělení.

### 3.12.2. SEPARACE IONTŮ $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ A $\text{Co}^{2+}$ KRUHOVOU PAPIROVOU CHROMATOGRAPHIÍ

#### Pomůcky

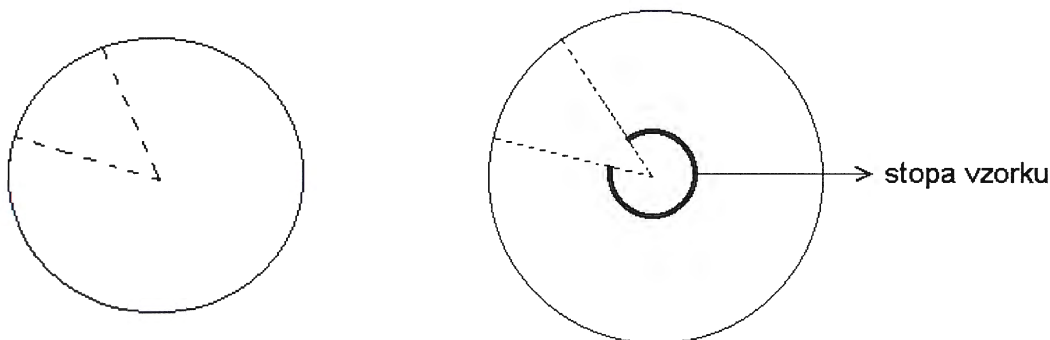
Petriho misky o průměru 9 – 10 cm, kapilární pipetka, odměrný válec, chromatografický papír, nůžky

#### Chemikálie

vyvíjecí rozpouštědlo (9 dílů acetonu a 1 díl HCl zředěné 1 : 1), amoniak, roztoky  $\text{FeCl}_3$  (w = 10%),  $\text{NiSO}_4$  (w = 20%),  $\text{CoSO}_4$  (w = 20%),  $\text{CuSO}_4$  (w = 10 %)

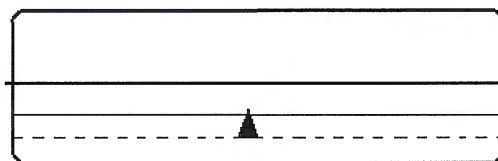
#### PRACOVNÍ POSTUP

- Z archu chromatografického papíru vystříhněte kruh o průměru o 2 – 3 cm větším než je průměr Petriho misek.
- Podle obrázku 31 nastříhněte kruhovou výseč tak, aby po přehnutí a zkrácení dosahovala na dno misky a sloužila k nasávání vyvíjecího rozpouštědla.



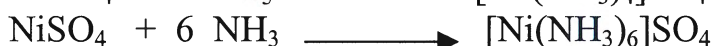
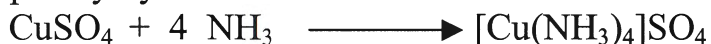
Obr. 31 Příprava chromatografického papíru

- Kolem středu chromatografického papíru (s výjimkou nastřižené kruhové výseče) nanášejte do téže stopy rovnoměrným tahem pipetky postupně roztok železité, nikelnaté, kobaltnaté a měďnaté soli (viz obr. 31 – šířka stopy max. 4 mm, poloměr asi 8 mm).
- Po nanesení každého vzorku papír usušte, aby se dalším roztokem stopa nerozpíjela do šířky. Papír se vzorky musí být suchý i před vyvíjením.
- Do Petriho misky dejte asi 10 cm<sup>3</sup> vyvíjecího rozpouštědla, na misku položte připravený chromatografický papír se vzorky. Nastřižený a zkrácený nasávací proužek (část kruhové výseče) přehněte dolů do kapaliny (počátek nasávání vyvíjecího rozpouštědla).
- Papír ihned překryjte druhou miskou, zůstane uzavřen napnutý mezi miskami (viz obr. 32).



**Obr. 32 Vyvíjecí soustava**

- Vyvíjení ukončete, když čelo dospěje téměř k miskám.
- Chromatografované látky jsou barevné, jejich postupné rozdělování můžeme přímo sledovat.
- K výraznějšímu vybarvení vystavte chromatografický papír s rozdělenými složkami působení par amoniaku: odtrhněte nasávací proužek, papír vložte v digestoři mezi dvě Petriho misky s malým množstvím amoniaku. Měďnatá a nikelnatá sůl tvoří s amoniakem komplexy, železitý kation přechází na nerozpustný hydroxid.



*Pozn. barva komplexu se na vzduchu postupně mění spontánně probíhající oxidací  $\text{Co}^{2+}$  na  $\text{Co}^{3+}$*

- Podle zabarvení identifikujte jednotlivé ionty, stanovte pro ně přibližné hodnoty  $R_F$  v daném rozpouštědlovém systému.

## 3.13. REAKČNÍ KINETIKA

### 3.13.1. VLIV IONTŮ ŽELEZNATÝCH A MĚDNATÝCH NA RYCHLOST OXIDACE JODIDU PEROXODISÍRANEM V PŘÍTOMNOSTI THIOSÍRANU

#### TEORETICKÝ ÚVOD

Důležitou veličinou je reakční rychlost  $v$ , definovaná jako časová změna uskutečněného rozsahu reakce  $\xi$ . Pro homogenní chemickou reakci v plynech nebo roztocích je uskutečněný rozsah reakce vyjádřen úbytkem látkového množství některé z výchozích látek, resp. přírůstkem látkového množství produktů reakce, děleného stechiometrickým faktorem. Častěji než změnu látkového množství lze sledovat změny koncentrace. Pak určíme rychlost chemické reakce  $v$  z úbytku koncentrace výchozích látek za časovou jednotku nebo přírůstkem koncentrace některého z produktů za časovou jednotku.

Rychlost je ovlivňována teplotou, koncentrací reagujících látek a přítomností katalyzátoru. Katalyzátor je látka, která mění rychlost chemické reakce, ale sama se chemickou reakcí nemění.

Vlivem katalyzátoru se reakce uskutečňuje jiným reakčním mechanismem, energeticky výhodnějším či naopak; katalyzátor se účastní tvorby aktivovaného komplexu, vlivem katalyzátoru (pozitivního) se snižuje  $E_A$ , vlivem negativního se zvyšuje  $E_A$ .

V této úloze budete sledovat katalytický vliv iontů železnatých a mědnatých na rychlost reakce peroxodisíranu draselného s jodidem draselným, která probíhá podle rovnice:



Uvolněný jod v přítomnosti thiosíranu sodného reaguje podle rovnice:



Přidáte-li do reakční směsi roztok škrobu, projeví se přítomnost jodu modrým zbarvením. Thiosíran sodný odčerpává z roztoku vznikající jod tak dlouho, dokud se sám nezoxidiuje. Čas, za který se objeví modré zbarvení roztoku, závisí na tom, za jak dlouho se vytvoří množství jodu postačující k oxidaci thiosíranu na tetrathionan disodný, tedy na rychlosti oxidace jodidu draselného.

V této úloze budete měřit reakční rychlost:

- a) za nepřítomnosti katalyzátorů
- b) v přítomnosti  $\text{FeSO}_4$
- c) v přítomnosti  $\text{CuSO}_4$
- d) v přítomnosti  $\text{FeSO}_4$  a  $\text{CuSO}_4$



## Pomůcky

15 kádinek (100 cm<sup>3</sup>), 5 dělených pipet (10 cm<sup>3</sup>), dělená pipeta (1 cm<sup>3</sup>), skleněné tyčinky

## Chemikálie

roztok peroxodisíranu sodného nebo amonného o koncentraci  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8) = 0,05 \text{ mol.dm}^{-3}$ , roztok jodidu draselného o koncentraci  $c(\text{KI}) = 0,5 \text{ mol.dm}^{-3}$ , roztok kyseliny sírové o koncentraci  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,25 \text{ mol.dm}^{-3}$ , roztok pentahydrátu síranu měďnatého o koncentraci  $c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005 \text{ mol.dm}^{-3}$ , roztok pentahydrátu thiosíranu sodného o koncentraci  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,025 \text{ mol.dm}^{-3}$ , roztok heptahydrátu síranu železnatého o koncentraci  $c(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,005 \text{ mol.dm}^{-3}$

*V následujícím textu jsou vzorce solí uvedeny bez krystalové vody.*

## PRACOVNÍ POSTUP

- Do šesti kádinek o objemu 100 cm<sup>3</sup> odpipetujte po 10 cm<sup>3</sup> roztoku peroxodisíranu sodného a 10 cm<sup>3</sup> roztoku kyseliny sírové.
- Do dalších šesti kádinek připravte směsi podle následující tabulky:

| Číslo kádinky | Roztok KI<br>cm <sup>3</sup> | Roztok Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>cm <sup>3</sup> | Voda<br>cm <sup>3</sup> | Roztok škrobu<br>cm <sup>3</sup> |
|---------------|------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------|
| 1             | 5                            | 2,5                                                                     | 27,5                    | 1                                |
| 2             | 5                            | 5                                                                       | 25                      | 1                                |
| 3             | 5                            | 6                                                                       | 24                      | 1                                |
| 4             | 5                            | 7                                                                       | 23                      | 1                                |
| 5             | 5                            | 8                                                                       | 22                      | 1                                |
| 6             | 5                            | 9                                                                       | 21                      | 1                                |

- Do těchto kádinek pak nalijte připravenou směs roztoků peroxodisíranu sodného a kyseliny sírové a reakční směs míchejte tyčinkou. Zaznamenejte okamžik, kdy se objeví v reakční směsi modré zabarvení. Od okamžiku smísení roztoku KI + Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + škrobu s roztokem Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> měřte čas stopkami.

- Druhé stanovení provádějte stejným způsobem, ale za přítomnosti roztoku  $\text{FeSO}_4$ . Směsi do kádinek připravte podle následující tabulky:

| Číslo kádinky | Roztok KI<br>$\text{cm}^3$ | Roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$<br>$\text{cm}^3$ | Voda<br>$\text{cm}^3$ | Roztok škrobu<br>$\text{cm}^3$ | Roztok $\text{FeSO}_4$<br>$\text{cm}^3$ |
|---------------|----------------------------|-----------------------------------------------------------|-----------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|
| 1             | 5                          | 2,5                                                       | 22,5                  | 1                              | 5                                       |
| 2             | 5                          | 5                                                         | 20                    | 1                              | 5                                       |
| 3             | 5                          | 6                                                         | 19                    | 1                              | 5                                       |
| 4             | 5                          | 7                                                         | 18                    | 1                              | 5                                       |
| 5             | 5                          | 8                                                         | 17                    | 1                              | 5                                       |
| 6             | 5                          | 9                                                         | 16                    | 1                              | 5                                       |

- Při třetím stanovení nahradíte síran železnatý síranem měďnatým.  
 ➤ Ve čtvrtém stanovení přidejte do reakční směsi oba katalyzátory, tj.  $5 \text{ cm}^3$  roztoku  $\text{FeSO}_4$  a  $5 \text{ cm}^3$  roztoku  $\text{CuSO}_4$ . Směsi v kádinkách připravte podle následující tabulky:

| Číslo kádinky | Roztok KI<br>$\text{cm}^3$ | Roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$<br>$\text{cm}^3$ | Voda<br>$\text{cm}^3$ | Roztok škrobu<br>$\text{cm}^3$ | Roztok $\text{FeSO}_4$<br>$\text{cm}^3$ | Roztok $\text{CuSO}_4$<br>$\text{cm}^3$ |
|---------------|----------------------------|-----------------------------------------------------------|-----------------------|--------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 1             | 5                          | 2,5                                                       | 17,5                  | 1                              | 5                                       | 5                                       |
| 2             | 5                          | 5                                                         | 15                    | 1                              | 5                                       | 5                                       |
| 3             | 5                          | 6                                                         | 14                    | 1                              | 5                                       | 5                                       |
| 4             | 5                          | 7                                                         | 13                    | 1                              | 5                                       | 5                                       |
| 5             | 5                          | 8                                                         | 12                    | 1                              | 5                                       | 5                                       |
| 6             | 5                          | 9                                                         | 11                    | 1                              | 5                                       | 5                                       |

- Získané údaje sestavte do tabulky podle uvedeného vzoru:

| Reakční podmínky                  | Číslo kádinky |   |   |   |   |   |
|-----------------------------------|---------------|---|---|---|---|---|
|                                   | 1             | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| bez katalyzátoru                  |               |   |   |   |   |   |
| s $\text{FeSO}_4$                 |               |   |   |   |   |   |
| s $\text{CuSO}_4$                 |               |   |   |   |   |   |
| s $\text{FeSO}_4 + \text{CuSO}_4$ |               |   |   |   |   |   |

- Zjištěné výsledky vyjádřete graficky. Na ose **x** vyznačte objem roztoku a na ose **y** čas od začátku reakce do prvního modrého zabarvení roztoku.

# **Přílohy**

## **1. Klasifikace nebezpečných chemických látek**

### **1.1 ZÁKONNÉ NORMY**

V letech 1998 - 2001 vstoupilo v platnost několik významných právních norem vztahujících se k práci s chemickými látkami a přípravky.

Nový zákon č. 157/1998 Sb. o chemických látkách a chemických přípravcích, kterým se ruší nařízení vlády č. 192/1988 Sb., o jedech a některých jiných látkách škodlivých zdraví.

Na tento zákon navazuje nařízení vlády č. 25/1999 Sb., ve kterém se stanoví postup hodnocení nebezpečnosti chemických látek a chemických přípravků, způsob jejich klasifikace a označování a vydává Seznam dosud klasifikovaných nebezpečných chemických látek. Toto nařízení je spojeno se zavedením nových výstražných symbolů nebezpečnosti a jejich písmenným vyjádřením, standardních vět označujících specifickou rizikovost (R-věty) a standardních pokynů pro bezpečné nakládání s nebezpečnými chemickými látkami a nebezpečnými chemickými přípravky (S-věty).

Na nařízení vlády č. 25/1999 Sb. navazuje jeho novela č. 258/2001 Šh.

Při klasifikaci chemických látek se zvažují všechny nebezpečné vlastnosti jednotlivých látek, které tvoří složky přípravku, i jejich vzájemně zesilující a zeslabující působení. Za aditivní se považují následující vlastnosti: akutní toxicita (R-věty: R20 až R28), žíravé účinky (R34 až R35) a dráždivé účinky (R38 až R41). Ostatní vlastnosti se považují za neaditivní.

Na základě výsledků klasifikace se nebezpečné látce nebo nebezpečnému přípravku přiřazují:

a) výstražné symboly nebezpečnosti podle přílohy č. 4 nařízení č. 25/1999 Sb.

b) označení specifické rizikovosti v podobě R-vět

c) pokyny pro bezpečné nakládání v podobě S-vět

Výstražný symbol nebezpečnosti zahrnuje grafický symbol nebezpečnosti ve formě piktogramu a slovní vyjádření nebezpečnosti. Pro vyjádření nebezpečných vlastností látek a přípravků lze použít také písmenné vyjádření.

**1.2 NEBEZPEČNÉ LÁTKY A PŘÍPRAVKY** jsou látky a přípravky, které vykazují jednu nebo více nebezpečných vlastností a pro tyto vlastnosti jsou klasifikovány za podmínek stanovených zákonem č. 157/1998 Sb. jako:

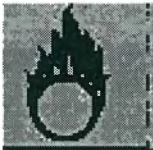
|                         |                                                                                                                                                                                                                                                        |
|-------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>výbušné</b>          | které mohou exotermně reagovat i bez přístupu kyslíku za rychlého vývinu plynu nebo u nichž dochází při definovaných zkušebních podmínkách k detonaci a prudkému shoření nebo které při zahřátí vybuchují, jsou-li umístěny v částečně uzavřené nádobě |
| <b>oxidující</b>        | které při styku s jinými látkami, zejména hořlavými, vyvolávají vysoce exotermní reakci                                                                                                                                                                |
| <b>extrémně hořlavé</b> | které v kapalném stavu mají bod vzplanutí nižší než 0 °C a bod varu nižší než 35 °C, nebo které jsou v plynném stavu vznětlivé při styku se vzduchem za normální (pokojové) teploty a normální (atmosférického) tlaku                                  |
| <b>vysoce hořlavé</b>   | 1. které se mohou samovolně zahřívat a poté vznítit při styku se vzduchem za normální (pokojové) teploty, normálního (atmosférického) tlaku a bez přívodu energie                                                                                      |
|                         | 2. které se mohou v pevném stavu snadno vznítit po krátkém styku se zápalným zdrojem a po odstranění zápalného zdroje dále hoří nebo doutnají                                                                                                          |
|                         | 3. které mají v kapalném stavu bod vzplanutí nižší než 21 °C a nejsou extrémně hořlavé                                                                                                                                                                 |
|                         | 4. které při styku s vodou nebo vlhkým vzduchem uvolňují vysoce hořlavé plyny v množství nejméně 1 litr.kg <sup>-1</sup> .hod <sup>-1</sup>                                                                                                            |
| <b>hořlavé</b>          | které mají bod vzplanutí v rozmezí od 21 °C do 55 °C                                                                                                                                                                                                   |
| <b>vysoce toxické</b>   | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou i ve velmi malém množství způsobit akutní nebo chronické poškození zdraví nebo smrt                                                                                                              |
| <b>toxické</b>          | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou i v malém množství způsobit akutní nebo chronické poškození zdraví nebo smrt                                                                                                                     |
| <b>zdraví škodlivé</b>  | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou způsobit akutní nebo chronické poškození zdraví nebo smrt                                                                                                                                        |



|                                         |                                                                                                                                   |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>žiravé</b>                           | které při styku s živou tkání mohou způsobit její zničení                                                                         |
| <b>dráždivé</b>                         | které nemají vlastnosti žiravin, ale při přímém dlouhodobém nebo opakovaném styku s kůží nebo sliznicí mohou vyvolat zánět        |
| <b>senzibilizující</b>                  | které po vdechnutí nebo proniknutí kůží mohou vyvolat přecitlivělost tak, že po další expozici vznikají charakteristické příznaky |
| <b>karcinogenní</b>                     | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou vyvolat nebo zvýšit četnost výskytu rakoviny                                |
| <b>mutagenní</b>                        | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou vyvolat nebo zvýšit četnost výskytu genetických poškození                   |
| <b>toxické pro reprodukci</b>           | které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou vyvolat poškození schopnosti reprodukce muže nebo ženy                      |
| <b>nebezpečné pro životní prostředí</b> | které po proniknutí do životního prostředí představují nebo mohou představovat okamžité nebo opožděné nebezpečí                   |

### 1.3 PŘEHLED OZNAČENÍ NEBEZPEČNOSTI LÁTKY

*(klasifikace látky, R-věty, výstražné symboly nebezpečnosti a jejich písmenné vyjádření)*

| Klasifikace látky | Označení nebezpečnosti látky a R- věty | Výstražný symbol nebezpečnosti                                                        |
|-------------------|----------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| výbušná           | E                                      |    |
| oxidující         | O                                      |    |
| extrémně hořlavá  | F+                                     |  |
| vysoce hořlavá    | F                                      |  |
| hořlavá           | R 10                                   |                                                                                       |
| vysoce toxická    | T+                                     |  |

|                                         |                         |                                                                                       |
|-----------------------------------------|-------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>toxická</b>                          | T                       |    |
| <b>zdraví škodlivá</b>                  | Xn                      |    |
| <b>žiravá</b>                           | C                       |    |
| <b>dráždivá</b>                         | Xi                      |  |
| <b>senzibilizující</b>                  | R 42, R 43              |                                                                                       |
| <b>karcinogenní</b>                     | Karc. kat. (1,2 nebo 3) |                                                                                       |
| <b>mutagenní</b>                        | Mut. kat. (1,2 nebo 3)  |                                                                                       |
| <b>toxická pro reprodukci</b>           | Repr. kat. (1,2 nebo 3) |                                                                                       |
| <b>nebezpečná pro životní prostředí</b> | N nebo R 52, R 53, R 59 |  |

## 1.4 STANDARDNÍ VĚTY OZNAČUJÍCÍ SPECIFICKOU RIZIKOVOST

(R – věty)

Příloha č. 5 k nařízení vlády č. 25/1999 Sb., kterým se stanoví postup hodnocení nebezpečnosti chemických látek a chemických přípravků, způsob jejich klasifikace a označování a vydává Seznam dosud klasifikovaných nebezpečných chemických látek.

### Jednoduché R- věty

Některá čísla vět zůstávají v souladu s citovaným nařízením vlády neobsazena.

|             |                                                                                      |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>R 1</b>  | výbušný v suchém stavu                                                               |
| <b>R 2</b>  | nebezpečí výbuchu při úderu, tření, ohni nebo působením jiných zdrojů zapálení       |
| <b>R 3</b>  | velké nebezpečí výbuchu při úderu, tření, ohni nebo působením jiných zdrojů zapálení |
| <b>R 4</b>  | vytváří vysoce výbušné kovové sloučeniny                                             |
| <b>R 5</b>  | zahřívání může způsobit výbuch                                                       |
| <b>R 6</b>  | výbušný za přístupu i bez přístupu vzduchu                                           |
| <b>R 7</b>  | může způsobit požár                                                                  |
| <b>R 8</b>  | dotek s hořlavým materiálem může způsobit požár                                      |
| <b>R 9</b>  | výbušný při smíchání s hořlavým materiálem                                           |
| <b>R 10</b> | hořlavý                                                                              |
| <b>R 11</b> | vysoce hořlavý                                                                       |
| <b>R 12</b> | extrémně hořlavý                                                                     |
| <b>R 14</b> | prudce reaguje s vodou                                                               |
| <b>R 15</b> | při styku s vodou uvolňuje extrémně hořlavé plyny                                    |
| <b>R 16</b> | výbušný při smíchání s oxidačními látkami                                            |
| <b>R 17</b> | samovznětlivý na vzduchu                                                             |
| <b>R 18</b> | při používání může vytvářet hořlavé nebo výbušné směsi par se vzduchem               |
| <b>R 19</b> | může vytvářet výbušné peroxidy                                                       |
| <b>R 20</b> | zdraví škodlivý při vdechování                                                       |
| <b>R 21</b> | zdraví škodlivý při styku s kůží                                                     |
| <b>R 22</b> | zdraví škodlivý při požití                                                           |
| <b>R 23</b> | toxický při vdechování                                                               |
| <b>R 24</b> | toxický při styku s kůží                                                             |
| <b>R 25</b> | toxický při požití                                                                   |



|             |                                                                |
|-------------|----------------------------------------------------------------|
| <b>R 26</b> | vysoce toxický při vdechování                                  |
| <b>R 27</b> | vysoce toxický při styku s kůží                                |
| <b>R 28</b> | vysoce toxický při požití                                      |
| <b>R 29</b> | uvolňuje toxický plyn při styku s vodou                        |
| <b>R 30</b> | při používání se může stát vysoce hořlavým                     |
| <b>R 31</b> | uvolňuje toxický plyn při styku s kyselinami                   |
| <b>R 32</b> | uvolňuje vysoce toxický plyn při styku s kyselinami            |
| <b>R 33</b> | nebezpečí kumulativních účinků                                 |
| <b>R 34</b> | způsobuje poleptání                                            |
| <b>R 35</b> | způsobuje těžké poleptání                                      |
| <b>R 36</b> | dráždí oči                                                     |
| <b>R 37</b> | dráždí dýchací orgány                                          |
| <b>R 38</b> | dráždí kůži                                                    |
| <b>R 39</b> | nebezpečí velmi vážných nevratných účinků                      |
| <b>R 40</b> | možné nebezpečí nevratných účinků                              |
| <b>R 41</b> | nebezpečí vážného poškození očí                                |
| <b>R 42</b> | může vyvolat senzibilaci při vdechování                        |
| <b>R 43</b> | může vyvolat senzibilaci při styku s kůží                      |
| <b>R 44</b> | nebezpečí výbuchu při zahřátí v uzavřeném obalu                |
| <b>R 45</b> | může vyvolat rakovinu                                          |
| <b>R 46</b> | může vyvolat poškození dědičných vlastností                    |
| <b>R 48</b> | při dlouhodobé expozici nebezpečí vážného poškození zdraví     |
| <b>R 49</b> | může vyvolat rakovinu při vdechování                           |
| <b>R 50</b> | vysoce toxický pro vodní organismy                             |
| <b>R 51</b> | toxický pro vodní organismy                                    |
| <b>R 52</b> | škodlivý pro vodní organismy                                   |
| <b>R 53</b> | může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí  |
| <b>R 54</b> | toxický pro rostliny                                           |
| <b>R 55</b> | toxický pro zvířata                                            |
| <b>R 56</b> | toxický pro půdní organismy                                    |
| <b>R 57</b> | toxický pro včely                                              |
| <b>R 58</b> | může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky v životním prostředí |
| <b>R 59</b> | nebezpečný pro ozonovou vrstvu                                 |
| <b>R 60</b> | může poškodit reprodukční schopnost                            |
| <b>R 61</b> | může poškodit plod v těle matky                                |

|             |                                                         |
|-------------|---------------------------------------------------------|
| <b>R 62</b> | možné nebezpečí poškození reprodukční schopnosti        |
| <b>R 63</b> | možné nebezpečí poškození plodu v těle matky            |
| <b>R 64</b> | může poškodit kojence prostřednictvím mateřského mléka  |
| <b>R 65</b> | zdraví škodlivý: při požití může vyvolat poškození plic |

## Kombinace R-vět

|                   |                                                                                      |
|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>R 14/15</b>    | prudce reaguje s vodou za uvolňování extrémně hořlavý plynů                          |
| <b>R 15/29</b>    | při styku s vodou uvolňuje toxický, extrémně hořlavý plyn                            |
| <b>R 20/21</b>    | zdraví škodlivý při vdechování a při styku s kůží                                    |
| <b>R 20/22</b>    | zdraví škodlivý při vdechování a při požití                                          |
| <b>R 20/21/22</b> | zdraví škodlivý při vdechování, styku s kůží a při požití                            |
| <b>R 21/22</b>    | zdraví škodlivý při styku s kůží a při požití                                        |
| <b>R 23/24</b>    | toxický při vdechování a při styku s kůží                                            |
| <b>R 23/25</b>    | toxický při vdechování a při požití                                                  |
| <b>R 23/24/25</b> | toxický při vdechování, styku s kůží a při požití                                    |
| <b>R 24/25</b>    | toxický při styku s kůží a při požití                                                |
| <b>R 26/27</b>    | vysoce toxický při vdechování a při styku s kůží                                     |
| <b>R 26/28</b>    | vysoce toxický při vdechování a při požití                                           |
| <b>R 26/27/28</b> | vysoce toxický při vdechování, styku s kůží a při požití                             |
| <b>R 27/28</b>    | vysoce toxický styku s kůží a při požití                                             |
| <b>R 36/37</b>    | dráždí oči a dýchací orgány                                                          |
| <b>R 36/38</b>    | dráždí oči a kůži                                                                    |
| <b>R 36/37/38</b> | dráždí oči, dýchací orgány a kůži                                                    |
| <b>R 37/38</b>    | dráždí dýchací orgány a kůži                                                         |
| <b>R 39/23</b>    | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování                    |
| <b>R 39/24</b>    | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží                  |
| <b>R 39/25</b>    | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při požití                        |
| <b>R 39/23/24</b> | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží |
| <b>R 39/23/25</b> | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při požití       |

|                      |                                                                                                         |
|----------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>R 39/23/24/25</b> | toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití            |
| <b>R 39/26</b>       | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování                                |
| <b>R 39/27</b>       | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží                              |
| <b>R 39/28</b>       | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při požití                                    |
| <b>R 39/26/27</b>    | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží             |
| <b>R 39/26/28</b>    | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování a při požití                   |
| <b>R 39/27/28</b>    | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při styku s kůží a při požití                 |
| <b>R 39/26/27/28</b> | vysoce toxický: nebezpečí velmi vážných nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití     |
| <b>R 40/20</b>       | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování                                       |
| <b>R 40/21</b>       | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při styku s kůží                                     |
| <b>R 40/22</b>       | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při požití                                           |
| <b>R 40/20/21</b>    | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování a při styku s kůží                    |
| <b>R 40/20/22</b>    | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování a při požití                          |
| <b>R 40/21/22</b>    | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při styku s kůží a při požití                        |
| <b>R 40/20/21/22</b> | zdraví škodlivý: možné nebezpečí nevratných účinků při vdechování, styku s kůží a při požití            |
| <b>R 42/43</b>       | může vyvolat senzibilizaci při vdechování a při styku s kůží                                            |
| <b>R 48/20</b>       | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním                 |
| <b>R 48/21</b>       | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží               |
| <b>R 48/22</b>       | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici požíváním                   |
| <b>R 48/20/21</b>    | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a stykem s kůží |



|                      |                                                                                                                    |
|----------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>R 48/20/22</b>    | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a požíváním                |
| <b>R 48/21/22</b>    | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží a požíváním              |
| <b>R 48/20/21/22</b> | zdraví škodlivý: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním, stykem s kůží a požíváním |
| <b>R 48/23</b>       | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním                                    |
| <b>R 48/24</b>       | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží                                  |
| <b>R 48/25</b>       | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici požíváním                                      |
| <b>R 48/23/24</b>    | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a stykem s kůží                    |
| <b>R 48/23/25</b>    | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním a požíváním                        |
| <b>R 48/24/25</b>    | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici stykem s kůží a požíváním                      |
| <b>R 48/23/24/25</b> | toxický: nebezpečí vážného poškození zdraví při dlouhodobé expozici vdechováním, stykem s kůží a požíváním         |
| <b>R 50/53</b>       | vysoce toxický pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí                  |
| <b>R 51/53</b>       | toxický pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí                         |
| <b>R 52/53</b>       | škodlivý pro vodní organismy, může vyvolat dlouhodobé nepříznivé účinky ve vodním prostředí                        |



## 1.5 STANDARDNÍ POKYNY PRO BEZPEČNÉ NAKLÁDÁNÍ

### (S-věty)

Příloha č. 5 k nařízení vlády č. 25/1999 Sb., kterým se stanoví postup hodnocení nebezpečnosti chemických látek a chemických přípravků, způsob jejich klasifikace a označování a vydává Seznam dosud klasifikovaných nebezpečných chemických látek

### *Jednoduché S-věty*

Některá čísla vět zůstávají v souladu s citovaným nařízením vlády neobsazena

|             |                                                                                                              |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>S 1</b>  | uchovávejte pod uzamčením                                                                                    |
| <b>S 2</b>  | uchovávejte mimo dosah dětí                                                                                  |
| <b>S 3</b>  | uchovávejte v chladnu                                                                                        |
| <b>S 4</b>  | uchovávejte mimo obytné objekty                                                                              |
| <b>S 5</b>  | uchovávejte pod ..... ( <i>příslušnou kapalinu</i>                                                           |
| <b>S 6</b>  | uchovávejte pod ..... ( <i>inertní plyn specifikuje výrobce, dovozce a distributor</i> )                     |
| <b>S 7</b>  | uchovávejte obal těsně uzavřený                                                                              |
| <b>S 8</b>  | uchovávejte obal suchý                                                                                       |
| <b>S 9</b>  | uchovávejte obal na dobře větraném místě                                                                     |
| <b>S 12</b> | neuchovávejte obal těsně uzavřený                                                                            |
| <b>S 13</b> | uchovávejte odděleně od potravin, nápojů a krmiv                                                             |
| <b>S 14</b> | uchovávejte odděleně od ..... ( <i>vzájemně se vylučující látky uveďte, výrobce, dovozce a distributor</i> ) |
| <b>S 15</b> | chraňte před teplem                                                                                          |
| <b>S 16</b> | uchovávejte mimo dosah zdrojů zapálení – zákaz kouření                                                       |
| <b>S 17</b> | uchovávejte mimo dosah hořlavý materiálů                                                                     |
| <b>S 18</b> | zacházejte s obalem opatrně a opatrně jej otevírejte                                                         |
| <b>S 20</b> | nejezte a nepijte při používání                                                                              |
| <b>S 21</b> | nekuřte při používání                                                                                        |
| <b>S 22</b> | nevdechujte prach                                                                                            |
| <b>S 23</b> | nevdechujte plyny/dýmy/páry/aerosoly ( <i>příslušný výraz specifikuje výrobce, dovozce a distributor</i> )   |
| <b>S 24</b> | zamezte styku s kůží                                                                                         |
| <b>S 25</b> | zamezte styku s očima                                                                                        |
| <b>S 26</b> | při zasažení očí okamžitě důkladně vypláchněte vodou a vyhledejte lékařskou pomoc                            |
| <b>S 27</b> | okamžitě odložte veškeré kontaminované oblečení                                                              |

|             |                                                                                                                                              |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>S 28</b> | při styku s kůží okamžitě omyjte velkým množstvím .....<br>(vhodnou kapalinu specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                     |
| <b>S 29</b> | nevylévejte do kanalizace                                                                                                                    |
| <b>S 30</b> | k tomuto výrobku nepřidávejte vodu                                                                                                           |
| <b>S 33</b> | proved'te preventivní opatření proti výbojům statické elektřiny                                                                              |
| <b>S 35</b> | tento materiál a jeho obal musí být zneškodněny bezpečným způsobem                                                                           |
| <b>S 36</b> | používejte vhodný ochranný oděv                                                                                                              |
| <b>S 37</b> | používejte vhodné ochranné rukavice                                                                                                          |
| <b>S 38</b> | v případě nedostatečného větrání používejte vhodné vybavení pro ochranu dýchacích orgánů                                                     |
| <b>S 39</b> | používejte osobní ochranné prostředky pro oči a obličej                                                                                      |
| <b>S 40</b> | podlahy a předměty znečištěné tímto materiálem čistěte .....<br>(specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                 |
| <b>S 41</b> | v případě požáru nebo výbuchu nevdechujte dýmy                                                                                               |
| <b>S 42</b> | při fumigaci nebo rozprašování používejte vhodný ochranný prostředek k ochraně dýchacích orgánů (specifikuje výrobce, dovozce a distributor) |
| <b>S 43</b> | v případě požáru použijte ..... (uved'te konkrétní typ hasicího zařízení, pokud zvyšuje riziko voda, připojte „Nikdy nepoužívat vodu“)       |
| <b>S 45</b> | v případě úrazu, nebo necítíte-li se dobře, okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc (je-li možno, ukažte toto označení)                          |
| <b>S 46</b> | při požití okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc a ukažte tento obal nebo označení                                                             |
| <b>S 47</b> | uchovávejte při teplotě nepřesahující ..... °C (specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                                  |
| <b>S 48</b> | uchovávejte ve zvlhčeném stavu ..... (vhodnou látku specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                              |
| <b>S 49</b> | uchovávejte pouze v původním obalu                                                                                                           |
| <b>S 50</b> | nesměšujte s ..... (specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                                                              |
| <b>S 51</b> | používejte pouze v dobře větraných prostorách                                                                                                |
| <b>S 52</b> | nedoporučuje se pro použití v interiéru na velké plochy                                                                                      |
| <b>S 53</b> | zamezte expozici – před použitím si obstarejte speciální instrukce                                                                           |
| <b>S 56</b> | zneškodněte tento materiál a jeho obal ve sběrném místě zvláštních nebo nebezpečných odpadů                                                  |
| <b>S 57</b> | použijte vhodný obal k zamezení kontaminace životního prostředí                                                                              |
| <b>S 59</b> | použijte vhodný obal k zamezení kontaminace životního prostředí                                                                              |
| <b>S 60</b> | tento materiál nebo jeho obal musí být zneškodněn jako nebezpečný                                                                            |

|             |                                                                                                          |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|             | odpad                                                                                                    |
| <b>S 61</b> | zabraňte uvolnění do životního prostředí, viz speciální pokyny nebo bezpečnostní listy                   |
| <b>S 62</b> | při požití nevyvolávejte zvracení: okamžitě vyhledejte lékařskou pomoc a ukažte tento obal nebo označení |

| <i><b>Kombinace S-vět</b></i> |                                                                                                                                                             |
|-------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>S 1/2</b>                  | uchovávejte uzamčené a mimo dosah dětí                                                                                                                      |
| <b>S 3/7</b>                  | uchovávejte obal těsně uzavřený na chladném místě                                                                                                           |
| <b>S 3/9/14</b>               | uchovávejte na chladném, dobře větraném místě odděleně od ..... (vzájemně se vylučující látky uveďte výrobce, dovozce a distributor)                        |
| <b>S 3/9/14/49</b>            | uchovávejte pouze v původním obalu na chladném, dobře větraném místě odděleně od ..... (vzájemně se vylučující látky uveďte výrobce, dovozce a distributor) |
| <b>S 3/14</b>                 | uchovávejte na chladném místě, odděleně od ..... (vzájemně se vylučující látky uveďte výrobce, dovozce a distributor)                                       |
| <b>S 7/8</b>                  | uchovávejte obal těsně uzavřený a suchý                                                                                                                     |
| <b>S 7/9</b>                  | uchovávejte obal těsně uzavřený, na dobře větraném místě                                                                                                    |
| <b>S 7/47</b>                 | uchovávejte obal těsně uzavřený, při teplotě místnosti nepřesahující ..... °C (specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                  |
| <b>S 20/21</b>                | nejezte, nepijte a nekuřte při používání                                                                                                                    |
| <b>S 24/25</b>                | zamezte styku s kůží a očima                                                                                                                                |
| <b>S 29/56</b>                | nevylévejte do kanalizace, zneškodněte tento materiál a jeho obal ve sběrném místě zvláštních nebo nebezpečných odpadů                                      |
| <b>S 36/37</b>                | používejte vhodný ochranný oděv a ochranné rukavice                                                                                                         |
| <b>S 36/37/39</b>             | používejte vhodný ochranný oděv, ochranné rukavice a ochranné brýle nebo obličejový štít                                                                    |
| <b>S 36/39</b>                | používejte vhodný ochranný oděv a ochranné brýle nebo obličejový štít                                                                                       |
| <b>S 37/39</b>                | používejte vhodné ochranné rukavice a ochranné brýle nebo obličejový štít                                                                                   |
| <b>S 47/49</b>                | uchovávejte pouze v původním obalu při teplotě nepřesahující ..... °C (specifikuje výrobce, dovozce a distributor)                                          |



## 1.6 PŘÍKLAD KLASIFIKACE A OZNAČOVÁNÍ NEBEZPEČNÝCH CHEMICKÝCH LÁTEK PODLE NAŘÍZENÍ VLÁDY ČR Č. 25/1999 SB.:

### DICHROMAN DRASELNÝ

Klasifikace, R-věty:

#### **Karc. kat. 2; R 49**

**Karcinogeny kategorie 2:** látky, na něž je třeba pohlížet, jako by byly karcinogenní pro člověka. Existují dostatečné důkazy dovolující závažný předpoklad, že expozice člověka látce může mít za následek vznik karcinomu, obvykle na základě:

- příslušný dlouhodobých studií na zvířatech
- jiných závažných informací

#### **Mut. kat. 2; R 46**

**Mutageny kategorie 2:** látky na něž je třeba pohlížet, jako by byly mutagenní pro člověka. Existují dostatečné důvody, které ve značné míře umožňují předpokládat, že expozice člověka této látce může způsobit poškození dědičných vlastností, zpravidla na základě:

- příslušný dlouhodobých studií na zvířatech
- jiných závažných informací

**T+; R 26**

**T; R 25**

**Xn; R 21**

**Xi; R 37/38-41**

**R 43**

**N; R 50 –53**

**Informace pro označení na obalu:**

**Symbol:** T+, N

**R-věty:** R 49-46-21-25-26-37/38-41-43-50/53

**S-věty:** S 53-45-60-61

**Koncentrační limit:**  
(v %)

**T+:** **R-věty:** R 49-46-21-25-26-37/38-41-43  
**c** ≥ 7

**T:** **R-věty:** R 49-46-43

**0,5 ≤ c ≤ 7**

**T:** **R-věty:** R 49-46

**0,1 ≤ c ≤ 0,5**



## 1.7 PŘEHLED KLASIFIKACE CHEMIKÁLIÍ POUŽÍVANÝCH PŘI CVIČENÍCH Z LABORATORNÍ TECHNIKY

| Název                   | Symbol          | R-věty            | S-věty                       |
|-------------------------|-----------------|-------------------|------------------------------|
| Aceton                  | F               | 11                | (2-)9-16-23-33               |
| Amoniak                 | T (+5), N       | 10-23-34-50       | (1/2)-9-16-26-36/37/39-45-61 |
|                         | Xn (0,5-5)      |                   |                              |
| Diethylether            | F+              | 12-19             | (2-)9-16-29-33               |
| Ethanol                 | F               | 11                | (2-)7-16                     |
| Fenolftalein            | neklasifikován  |                   |                              |
| Glycerol                | neklasifikován  |                   |                              |
| Hydrogenuhlíčan sodný   | neklasifikován  |                   |                              |
| Hydroxid sodný          | C (2+)          | 35                | (1/2-)26-37/39-45            |
|                         | Xi (0,5-2)      |                   |                              |
| Chlorid sodný           | neklasifikován  |                   |                              |
| Chlorid železitý        | neklasifikován  |                   |                              |
| Chloroform              | Xn              | 22-38-40-48/20/22 | (2-)36/37                    |
| Jodid draselný          | neklasifikován  |                   |                              |
| Kyselina boritá         | neklasifikována |                   |                              |
| Kyselina dusičná        | O, C (5+)       | 8-35              | (1/2-)23-26-36-45            |
| Kyselina chlorovodíková | C (25+)         | 34-37             | (1/2-)26-45                  |
|                         | Xi (10-25)      |                   |                              |
| Kyselina octová         | C (25+)         | 10-35             | (1/2-)23-26-45               |
|                         | Xi (10-25)      |                   |                              |
| Kyselina salicylová     | neklasifikována |                   |                              |
| Kyselina sírová         | C (15+)         | 35                | (1/2-)26-30-45               |
|                         | Xi (5-15)       |                   |                              |
| Oxid hlinitý            | neklasifikován  |                   |                              |
| Peroxodisíran draselný  | neklasifikován  |                   |                              |
| Síran kobaltnatý        | neklasifikován  |                   |                              |
| Síran měďnatý           | Xn              | 22-36/38          | (2-)22                       |
| Síran nikelnatý         | Xn              | 22-40-42/43       | (2-)22-36/37                 |
| Síran železnatý         | neklasifikován  |                   |                              |
| Škrob                   | neklasifikován  |                   |                              |
| Thiosíran sodný         | neklasifikován  |                   |                              |
| Uhlíčan vápenatý        | neklasifikován  |                   |                              |

## 2. Tabulková část

**Tabulka 1: Hustota vody za rozličných teplot**

| <b>t [°C]</b> | <b><math>\rho</math> [g.cm<sup>-3</sup>]</b> | <b>t [°C]</b> | <b><math>\rho</math> [g.cm<sup>-3</sup>]</b> |
|---------------|----------------------------------------------|---------------|----------------------------------------------|
| 10            | 0,999 727                                    | 21,5          | 0,997 909                                    |
| 11            | 0,999 632                                    | 22            | 0,997 797                                    |
| 12            | 0,999 525                                    | 22,5          | 0,997 682                                    |
| 13            | 0,999 404                                    | 23            | 0,997 565                                    |
| 14            | 0,999 271                                    | 23,5          | 0,997 445                                    |
| 15            | 0,999 126                                    | 24            | 0,997 323                                    |
| 16            | 0,998 970                                    | 24,5          | 0,997 198                                    |
| 17            | 0,998 887                                    | 25            | 0,997 071                                    |
| 18            | 0,998 622                                    | 25,5          | 0,996 941                                    |
| 19            | 0,998 432                                    | 26            | 0,996 810                                    |
| 19,5          | 0,998 332                                    | 27            | 0,996 539                                    |
| 20            | 0,998 230                                    | 28            | 0,996 259                                    |
| 20,5          | 0,998 126                                    | 29            | 0,995 971                                    |
| 21            | 0,998 019                                    | 30            | 0,995 673                                    |

**Tabulka 2: Hustota roztoků kyseliny octové (20 °C)**

| <b>w [%]</b> | <b><math>\rho</math> [g.cm<sup>-3</sup>]</b> | <b>w [%]</b> | <b><math>\rho</math> [g.cm<sup>-3</sup>]</b> |
|--------------|----------------------------------------------|--------------|----------------------------------------------|
| 1            | 0,9996                                       | 24           | 1,0313                                       |
| 2            | 1,0012                                       | 30           | 1,0384                                       |
| 4            | 1,0040                                       | 35           | 1,0438                                       |
| 6            | 1,0069                                       | 40           | 1,0488                                       |
| 8            | 1,0097                                       | 45           | 1,0534                                       |
| 10           | 1,0125                                       | 50           | 1,0575                                       |
| 12           | 1,0154                                       | 55           | 1,0611                                       |
| 14           | 1,0182                                       | 60           | 1,0642                                       |
| 16           | 1,0209                                       | 65           | 1,0666                                       |
| 18           | 1,0236                                       | 70           | 1,0685                                       |
| 20           | 1,0263                                       | 75           | 1,0696                                       |
| 22           | 1,0288                                       | 80           | 1,0700                                       |

**Tabulka 3: Teplota varu vybraných rozpouštědel**

| <b>Rozpouštědlo</b> | <b>Teplota varu<br/>[°C]</b> | <b>Rozpouštědlo</b> | <b>Teplota varu<br/>[°C]</b> |
|---------------------|------------------------------|---------------------|------------------------------|
| n -hexan            | 68                           | cyklohexan          | 81                           |
| petrolether         | 40 - 65                      | tetrachlormethan    | 77                           |
| benzen              | 80                           | toluen              | 111                          |
| xyleny              | kolem 135                    | chloroform          | 61                           |
| diethylether        | 35                           | ethylacetát         | 77                           |
| pyridin             | 116                          | aceton              | 56,5                         |
| 1 - butanol         | 118                          | 1 - propanol        | 97                           |
| ethanol             | 78,4                         | methanol            | 65                           |
| voda                | 100                          | octová kyselina     | 118,5                        |

**Tabulka 4: Teploty tání vybraných látek**

| <b>Látka</b>                   | <b>Teplota tání<br/>[°C]</b> | <b>Látka</b>                   | <b>Teplota tání<br/>[°C]</b> |
|--------------------------------|------------------------------|--------------------------------|------------------------------|
| kyselina benzoová              | 122,4                        | kyselina skořicová             | 135                          |
| D-glukóza                      | 146,8                        | kyselina šťavelová             | 189,5                        |
| L-glukóza                      | 149-152                      | naftalen                       | 80,5                         |
| glycerol                       | 290                          | D-ribosa                       | 90                           |
| hydroxid barnatý<br>oktahydrát | 78                           | sacharosa                      | 186                          |
| D-fruktóza                     | 104                          | síra                           | 117-120                      |
| kyselina jablečná              | 101                          | síran měďnatý<br>pentahydrát   | 110                          |
| kyselina pikrová               | 120-121                      | síran zinečnatý<br>heptahydrát | 100                          |
| kyselina jantarová             | 185-188                      | síran železnatý<br>heptahydrát | 64                           |
| kyselina salicylová            | 159                          | uhličitan amonný               | 58                           |
| kyselina sulfosalicylová       | 110-112                      | vanilin                        | 80,5                         |

**Tabulka 5: Rozpustnost vybraných anorganických sloučenin ve vodě**  
*Rozpustnost je uvedena v g látky, která se při uvedené teplotě rozpustí ve 100 g (100 cm<sup>3</sup>) vody.*

| Látka                                  | 20 °C | 100 °C |
|----------------------------------------|-------|--------|
| CuSO <sub>4</sub> .5 H <sub>2</sub> O  | 37    |        |
| H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>         | 5,04  | 40,25  |
| FeSO <sub>4</sub> . 7 H <sub>2</sub> O | 62    |        |



## Seznam použité literatury

- **Adamkovič, E., Šramko, T., Liška, O.:** Analytická chemie pro 4. ročník gymnázií. SNTL, Praha 1989
- **Beneš, K., Hořejšová, J.:** Laboratorní práce a lékárenství I. Skriptum. Institut pro další vzdělávání středních zdravotnických pracovníků, Brno 1990
- **Beneš, P. a kol.:** Cvičení z chemie pro II. ročník gymnázií. SPN, Praha 1985
- **Bilyk, I., Nemec, R.:** Vybrané laboratorní metody. Učebnice pro zdravotnické školy. Avicenum, Praha 1988
- **Bína, J. a kol.:** Malá encyklopedie chemie. SPN, Praha 1976
- **Čtrnáctová, H. a kol. :** Chemické pokusy pro školu a zájmovou činnost. Prospektrum 2000
- **Drátovský, M., Pačesová, L., Rosický, J.:** Laboratorní technika. Návodů ke cvičením. SPN, Praha 1977
- **Drbal, K., Křížek, M.:** Anorganická a analytická chemie. Skriptum. ZF JU, České Budějovice 1993
- **Handlíř, K., Nádvorník, M., Vlček, M.:** Laboratorní cvičení z anorganické chemie. Skriptum. Univerzita Pardubice, Pardubice 2000
- **Handlíř, K., Nádvorník, M., Vlček, M.:** Laboratorní cvičení z obecné chemie. Skriptum. Univerzita Pardubice, Pardubice 1998
- **Kalač, P., Helclová, Z.:** Organická chemie – cvičení. Skriptum. ZF JU, České Budějovice 1995
- **Kotlík, B., Růžicková, K.:** Chemie v kostce I. pro SŠ. Fragment 1999
- **Lichtenberg, K., Lukavská, A.:** Preparativní cvičení z anorganické chemie. Skriptum. ZF JU, České Budějovice 1999
- **Lukeš, I. a kol.:** Laboratorní technika. Návodů ke cvičení. Karolinum, Praha 1997
- **Paleček, J., Linhart, I., Horák, J.:** Toxikologie a bezpečnost práce v chemii. Skriptum. VŠCHT, Praha 1996
- **Trtílek, J., Hofmann, V., Borovička, J.:** Školní chemické pokusy. SPN, Praha 1973
- **Vacík, J. a kol.:** Přehled středoškolské chemie. SPN, Praha 1990
- **Zajíček, J., Beneš, P.:** Použití chemických látek ve škole podle nové legislativy. Fortuna, Praha 2001

