Jan Kotek

LABORATORNÍ TECHNIKA

2022

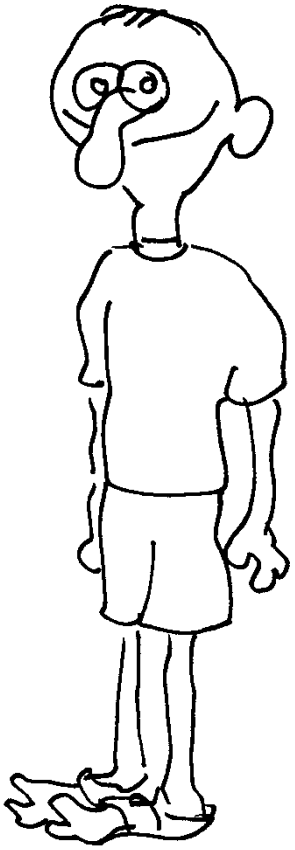
PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA UNIVERZITY KARLOVY

Tato skripta jsou výukovým textem k předmětům „Laboratorní technika (a)“ a „Laboratorní technika (b)“, jejichž výuka probíhá na Katedře anorganické chemie Přírodovědecké fakulty Univerzity Karlovy od školního roku 2018/19. Jedná se o přepracované vydání učebního textu používaného pro výuku analogických předmětů v minulosti (tištěná skripta J. Kotek: Laboratorní technika, Karolinum, Praha 2007; nebo elektronické verze distribuované v letech 2008–2021). Obsah předmětů byl počínaje školním rokem 2018/19 do značné míry inovován, což si vynutilo zásadní revizi učebního textu vydaného v r. 2007. Ačkoliv je mezi těmito skripty a jejich předchozími verzemi téměř absolutní překryv v teoretické části, tak návody k jednotlivým úlohám doznaly v některých případech značných změn. V letech 2018–2021 došlo k postupné optimalizaci nových úloh a k průběžné aktualizaci návodů, která zohlednila „usazení“ úloh a drobné změny v laboratorním vybavení. Tato skripta jsou nyní vydávána s vidinou jejich platnosti ve střednědobém výhledu, bez nutnosti provádět v nich další úpravy. **Při studiu předmětů Laboratorní techniky proto nepoužívejte starší (číslované) verze učebního textu.**

Děkuji současným i minulým pracovníkům katedry anorganické chemie, kteří se podíleli dodáním podkladů pro dřívější verze těchto skript, připomínkovali pracovní texty současné podoby skript a byli zdrojem cenných rad a komentářů.

Děkuji doc. Ing. Janu Budkovi, Ph.D., za několik ilustrací, kterými jsou tato skripta doplněna.

Tato skripta jsou zveřejněna v elektronické podobě prostřednictvím Studijního informačního systému Přírodovědecké fakulty Univerzity Karlovy (https://is.cuni.cz/studium) nebo systému Moodle (https://dl2.cuni.cz).



Autor

Obsah

1. Úvod **6**
1.1 Výsledky úloh 6
1.2 Psaní protokolů a typografie 7
2. Bezpečnost a ochrana zdraví při práci v chemické laboratoři **13**
2.1 Pravidla bezpečnosti práce 13
2.2 První pomoc 14
3. Vybavení laboratoře **15**
3.1 Laboratorní sklo 15
3.1.1 Zábrusy 16
3.1.2 Zkumavky 16
3.1.3 Kádinky 16
3.1.4 Baňky 17
3.1.5 Nálevky a násypky 18
3.1.6 Dělící a přikapávací nálevky 19
3.1.7 Chladiče 19
3.1.8 Destilační nástavce a alonže 20
3.1.9 Redukce 20
3.1.10 Pojistné (Woulffovy) láhve 20
3.1.11 Bublačky, promývačky a vymrazovací prsty 21
3.1.12 Frity a filtrační nástavce 21
3.1.13 Hodinová skla, Petriho misky 22
3.1.14 Exsikátory 22
3.1.15 Teploměry 23
3.1.16 Odměrné válce 23
3.1.17 Pipety, Pasteurovy pipety 23
3.1.18 Byrety 24
3.1.19 Zátky 24
3.1.20 Sušící trubičky 24
3.1.21 Lodičky a váženky 24
3.2 Laboratorní porcelán 25
3.2.1 Büchnerovy a Hirschovy nálevky 25
3.2.2 Odpařovací misky 25
3.2.3 Třecí misky s tloučkem 25
3.2.4 Žíhací kelímky 26
3.3 Kovové předměty 26
3.3.1 Stojany 26
3.3.2 Křížové svorky, držáky (klemy) a kruhy 26
3.3.3 Kahany 26
3.3.4 Trojnožky, síťky a triangly 27
3.3.5 Chemické kleště, pinzety a kopistky 28
3.4 Předměty z plastů, korku a pryže 28
3.5 Laboratorní přístroje 29
3.5.1 Míchačky, plotýnky, topné míchačky a topná hnízda 29
3.5.2 Váhy 29
3.5.3 Zdroje stejnosměrného napětí 30
3.5.4 Zdroje vakua 30
3.5.5 pH-metr 31
3.5.6 Rotační vakuová odparka 31

3.5.7 Bodotávek ... 32
3.5.8 Refraktometr ... 32
3.5.9 UV-Vis spektrofotometr ... 33
3.5.10 Laboratorní pec ... 33
3.6 Chemikálie, sušící činidla a rozpouštědla ... 34
4. Základní laboratorní operace ... 35
4.1 Sestavování aparatur ... 35
4.2 Vážení ... 35
4.3 Měření objemu ... 36
4.4 Měření teploty ... 38
4.5 Měření tlaku ... 38
4.6 Měření pH ... 39
4.7 Zahřívání ... 41
4.7.1 Zahřívání nad kahanem a žíhání ... 41
4.7.2 Zahřívání na vodní lázni ... 42
4.7.3 Zahřívání v lázni ... 42
4.7.4 Zahřívání v topném hnízdě ... 44
4.8 Chlazení ... 44
4.9 Odpařování na rotační vakuové odparce ... 44
4.10 Krystalizace ... 45
4.10.1 Krystalizace srážením (změnou rozpouštědla) ... 45
4.10.2 Krystalizace odpařením rozpouštědla ... 45
4.10.3 Krystalizace změnou teploty ... 45
4.11 Triturace ... 46
4.12 Filtrace a odsávání ... 46
4.12.1 Filtrace ... 46
4.12.2 Odsávání na Büchnerově nebo Hirschově nálevce a na fritě ... 47
4.13 Dělení nemísitelných kapalin a extrakce ... 49
4.14 Destilace ... 50
4.14.1 Prostá destilace za normálního nebo sníženého tlaku ... 51
4.14.2 Rektifikace ... 52
4.14.3 Destilace s vodní parou ... 54
4.15 Sublimace ... 55
4.16 Chromatografie ... 56
4.16.1 Sloupcová chromatografie ... 56
4.16.2 Chromatografie na tenké vrstvě ... 57
4.16.3 Chromatografie na iontoměničích ... 58
4.17 Stanovení hustoty ... 59
4.18 Stanovení teploty tání ... 60
4.19 Stanovení indexu lomu ... 61
4.20 Práce s tlakovými láhvemi ... 61
4.21 Práce s roztaveným sklem ... 62
4.22 Práce v mikroměřítku ... 64
4.23 Titrace ... 65
4.23.1 Příprava roztoku dané koncentrace ... 66
4.23.2 Stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku ... 66
4.24 Elektrolytické procesy ... 66
4.24.1 Základní principy elektrolýzy ... 66
4.24.2 Galvanické pokovování ... 67
4.24.3 Elektrogravimetrie ... 68

4.25 Měření absorbance 68
4.25.1 Absorpční spektroskopie 68
4.25.2 Lambertův-Beerův zákon 69
5. Návody k prováděným úlohám 71
5.1 Úloha 1 – Krystalizace 71
5.2 Úloha 2 – Izolace glycinu a identifikace neznámé aminokyseliny 73
5.3 Úloha 3 – Identifikace a stanovení koncentrace organické kyseliny 77
5.4 Úloha 4 – Stanovení teploty tání 83
5.5 Úloha 5 – Spektrofotometrická kvantitativní analýza 85
5.6 Úloha 6 – Elektrolytická preparace a elektrogravimetrie 88
5.7 Úloha 7 – Stanovení rozdělovacího koeficientu jódu 92
5.8a Úloha 8a – Rektifikace 94
5.8b Úloha 8b – Práce s plyny 96
5.9 Úloha 9 – Destilace za sníženého tlaku 99
5.10 Úloha 10 – Stanovení rozpustnosti a obsahu krystalové vody 102
6. Vzor protokolu 106
7. Harmonogram provádění úloh 108
7.1 Rozvrh úloh kurzu „Laboratorní technika (a)“ 108
7.2 Rozvrh úloh kurzu „Laboratorní technika (b)“ 108

1. Úvod

Ve cvičení budete pracovat ve dvojicích; jednotlivé dvojice budou utvořeny na začátku semestru a bude jim přiřazeno číslo. Toto číslo slouží dále k vaší orientaci v rozvrhu praktik, je tedy třeba si jej zapamatovat. Vlastní praktikum probíhá jednou týdně v bloku čtyř vyučovacích hodin tak, že během semestru každá dvojice absolvuje *všechny úlohy*, které přísluší danému předmětu [tj. úlohy 1–10 v předmětu „Laboratorní technika (a)“, nebo úlohy 1–5 v předmětu „Laboratorní technika (b)“; pro přehlednost jsou dva úkoly řešené v úloze č. 8 rozděleny na návody 8a a 8b, a provádí se obě tyto podúlohy]. Harmonogram provádění jednotlivých úloh je uveden v **kapitole 7**, a je k dispozici též ve Studijním informačním systému Univerzity Karlovy (https://is.cuni.cz/studium), v systému Moodle (https://dl2.cuni.cz) a na nástěnce v praktiku. Podle vaší plánované úlohy si před vlastním cvičením vyzvednete na nástěnce klíč od skříňky, kam si odložíte svrchní oděv, boty a větší tašky, a po uzamčení skříňky vyrazíte do praktika vybaveni pouze laboratorním pláštěm, ochrannými brýlemi, kalkulačkou, psacími potřebami, laboratorním deníkem, těmito skripty a v neposlední řadě i teoretickými vědomostmi o prováděné úloze. V kapsách pláště je vhodné mít hadřík ze savého materiálu (bavlny), lihový fix, zdroj ohně (zápalky, zapalovač) a USB flash disk (přenos dat při Úloze 5).

První týden semestru probíhá instruktáž a přednáška o bezpečnosti práce. Vlastní laboratorní práce začínají až od druhého týdne. Podmínkou nutnou pro zahájení vlastních laboratorních prací je úspěšné napsání vstupního testu (píše se na začátku druhé lekce před zahájením praktických prací), který tematicky pokrývá problematiku bezpečnosti práce, základy ochrany zdraví při práci v laboratoři, základní znalosti laboratorního vybavení (laboratorní sklo apod.) – tj. obsah **kapitol 2** a **3** těchto skript – a také základní stechiometrické výpočty spojené s vyčíslováním jednoduchých rovnic.

Před zahájením práce si podle inventárního listu zkontrolujte, zda na vašem pracovišti nic nechybí. Případné nedostatky nahlaste laborantovi.

Po ukončení práce nahlaste výsledek provedené úlohy pedagogickému dozoru ke kontrole, a po jeho schválení ukliďte pracoviště, které poté předejte laborantovi. Až poté můžete z praktika odejít. *Nezapomeňte vrátit klíč od vámi použité šatní skříňky.*

Podmínkou udělení zápočtu z kurzů „Laboratorní technika (a)“ a „Laboratorní technika (b)“ je *úspěšné absolvování všech úloh* (spojené s uznáním vámi dosažených výsledků dozorujícím pedagogem), *uznání protokolů o všech provedených úlohách* a *úspěšné napsání výstupního testu*. Pokud nezvládnete z jakýchkoliv důvodů (nemoc apod.) absolvovat některou z úloh v paralelce, kterou navštěvujete, musíte si danou úlohu nahradit v jiné paralelce – v SISu zjistěte, kde je volno, a předem se domluvte s dozorujícím pedagogem.

Na úlohu, kterou máte podle rozpisu dělat, *musíte být předem připraveni*. Pokud při namátkovém přezkoušení neprokážete dostatečnou znalost teoretického pozadí prováděné úlohy, můžete být z praktika na daný termín vyloučeni. Soustavné ignorování domácí přípravy může mít za následek vaše vyloučení z celého kurzu.

1.1 Výsledky úloh

V jednotlivých úlohách je po vás požadován určitý výsledek. Jedná se např. o připravený produkt (spolu s vypočteným výtěžkem), a/nebo o naměřené vlastnosti studovaného vzorku (např. teplotu tání, teplotu varu, index lomu, koncentraci apod.), případně o identifikaci izolované či studované látky. Až dosáhnete požadovaného výsledku, nahlaste jej tedy dozorujícímu pedagogovi (v případě izolace produktu také předložte výslednou látku k vizuální kontrole). Vyučující vám sdělí, je-li váš výsledek akceptovatelný. Jen nahlášený správný výsledek (zapsaný ve vaší evidenční kartě) bude brán za úspěšné absolvování dané úlohy.

1.2 Psaní protokolů a typografie

Nedílnou součástí laboratorní činnosti je sepsání protokolu. Protokol *vypracujte každý z dvojice sám*. Přítomnost identických pasáží v protokolech dvou studentů (i z různých skupin) nebo shoda s protokoly dostupnými na webu (www.primat.cz apod.) je nepřípustná. Opakované opisování protokolů od kolegů bude důvodem k vyloučení z kurzu laboratorní techniky.

Protokol o provedené úloze odevzdejte ihned na začátku dalšího praktika. Bez odevzdání protokolu vám nebude umožněna další práce. Výjimka nastává pouze, když v průběhu jednoho týdne (z důvodu nahrazování) absolvujete dvě nebo více cvičení. Protokoly, které vám budou vráceny k doplnění či k přepracování, odevzdávejte opravené na začátku nejbližšího dalšího praktika.

Protokoly pište ve vhodném textovém editoru na počítači (následující konkrétní tipy jsou uvedeny pro nejrozšířenější textový editor MS Word). Případné grafy vytvářejte ve vhodném tabulkovém editoru na počítači (následující konkrétní tipy jsou uvedeny pro nejrozšířenější tabulkový editor MS Excel). *Protokol odevzdávejte vytištěný na samostatných listech, které spojte pomocí sešívačky.*

Protokol není návodem k úloze, ale je záznamem o vašem experimentu. *Neopisujte* proto *návody ze skript.* **Protokol pište v trpném rodě minulého času** (tj. „**Bylo odváženo 1,05 g KCl.**“), v žádném případě při psaní protokolů nepoužívejte formulace z návodu (tj. „~~Odvážíme 1,05 g KCl.~~“ nebo „~~Odvažte 1,05 g KCl.~~“). Ve vědeckých textech není preferován ani prostý minulý čas, tj. nepiště ani „~~Odvážil jsem 1,05 g KCl~~“. Nepersonifikuje neživotné věci (vzorek se sám neodváží, topné hnízdo se samo nezapne, teplota se sama neodečte), proto nepoužívejte ani formulace typu „~~Odvážilo se 1,05 g KCl.~~“ Podle protokolu by mělo být možné zcela zreprodukovat váš experiment, a to včetně chyb, kterých jste se dopustili. Proto je nezbytné do protokolu uvádět přesný a podrobný postup všech prováděných operací, případně doplněný o vaše pozorování, pokud se dělo něco neočekávaného či nebezpečného (např. „směs se po přidání reaktantů samovolně prudce zahřála a změnila barvu ze zelené do červené“, „směs vykypěla“ apod.).

Zaznamenávejte si pečlivě v průběhu experimentální práce veškeré relevantní informace do laboratorního deníku, abyste je později mohli uvést v protokolu.

Při psaní protokolu je vhodné zapnout kontrolu pravopisu a gramatiky (např. ve Wordu jsou pak programem vyhodnocená nezvyklá slova podtrhávána červeně a nezvyklé větné vazby zeleně), což vás při opětovném přečtení upozorní na udělané chyby. Zároveň se ale nedoporučuje ve vědeckých textech zapínat automatické opravování překlepů, neboť některé odborné termíny příliš připomínají běžná slova, a program je pak neustále opravuje. V takovém případě nikdy nenapíšete slovo „reflux“ (bude neustále měněno na „reflex“), budete mít potíže se dvěma velkými písmeny na začátku slova – např. HCl bude neustále opravováno na Hcl, za tečkou ukončující zkratku (např. konc.) vám bude program tvrdošíjně měnit první písmeno následujícího slova na velké v domnění, že se jedná o novou větu, apod. Extrémem je pak změna cizojazyčných jmen – např. prof. Cotton se díky automatickým opravám stane prof. Citrónem, což si jistě nezaslouží.

Protokol musí mít následující náležitosti:

Datum, jméno, číslo skupiny.

Číslo úlohy a název prováděné práce.

Zadané úkoly.

Stručný teoretický úvod popisující princip prováděné úlohy. Stručně popište též použité metody. *Nekopírujte pasáže ze skript. Tupě z nich a z dalších zdrojů neopisujte. Používejte vlastní hlavu* – to vám pomůže k utřídění vlastních myšlenek a k pochopení základních principů jednotlivých dějů.

Popis vlastního experimentu. Tato část musí být samonosná, při opakování vašeho postupu kýmkoliv jiným musí stačit k přesné reprodukci experimentu. V budoucnosti (např. při sepisování bakalářské/diplomové práce či publikací) budete experimentální část vašeho bádání prezentovat pouze touto kapitolou. **Musí zde tedy být všechny navážky, časy, reakční podmínky a výsledky výpočtů.** V případě syntetických prací uvádějte nejen navážky, ale i látková množství daných látek – čtenář je pak snadno zpraven o molárních poměrech v reakční směsi. **Na konci popisu syntetické práce uvádějte výtěžek**. Tyto informace nebude v budoucnu nikdo hledat v jiných kapitolách (výpočty apod.). Sáhodlouze nepopisujte triviální a implicitní operace. Místo vět „Byla sestavena aparatura pro filtraci. Produkt byl odsát na fritě, přesypán na hodinové sklo a zvážen. Hmotnost produktu byla 1,38 g, což odpovídá výtěžku 66 %." napište krátce „Odsátím na fritě bylo izolováno 1,38 g produktu (výtěžek 66 %).". **Pokud jste při vašem experimentu vycházeli z neznámého vzorku, nezapomeňte v protokolu uvést i jeho označení (číslo).** Pracovní postup pište v trpném rodě minulého času.

Výsledky a výpočty. V protokolu se musí objevit všechny výsledky odečtené přímo z přístrojů. Několikrát opakované pokusy (měření) prezentujte formou tabulek. **Tabulky musí být jednoznačně pojmenované a s patřičným odkazem v textu.** Dále pište postup použitý při vašich výpočtech, aby bylo možné dohledat případnou chybu. Každý výpočet nadepište tak, aby bylo jasné, co se počítalo, popřípadě o jaké hodnoty se jedná. **K prezentovaným číslům uvádějte odpovídající jednotky.** Nezapomínejte, že nejzásadnější chemickou veličinou je *látkové množství, n*. Jeho jednotka mol neoznačuje nic jiného, než počet „kuliček" (atomů, molekul apod.), které vstupují do reakce či se z reakce „vykutálejí". Veškeré stechiometrické výpočty musí vliv této veličiny v nějaké podobě zahrnovat.
Při zaokrouhlování vašich výpočtů dbejte na smysluplnost přesnosti, se kterou vaše výsledky uvádíte. Typickým nešvarem je tzv. *kalkulačkový syndrom*, aneb opsání výsledku z displeje v takové podobě, jak jej kalkulačka vypočte. Výsledek jsme oprávněni zaokrouhlit pouze na tolik platných cifer, s jakou nejhrubší přesností jsou zjištěné vstupní údaje. Pozor – nezaměňujte počet platných cifer s počtem desetinných míst. Číslo 0,1234 má čtyři platné cifry a zároveň čtyři desetinná místa, zatímco číslo 123,4 má též čtyři platné cifry, ale pouze jedno desetinné místo. Příklad:
Reakcí 1,75 g výchozí látky jste připravili 2,63 g produktu. Teoretický výtěžek však měl být 3,12 g. Váš praktický výtěžek tedy činil:

$$\text{výtěžek} = \frac{2{,}63\ \text{g}}{3{,}12\ \text{g}} = 0{,}84294871794;$$

ovšem všechny hmotnosti jsou stanovené s přesností na tři platné cifry (a jsou v tomto případě zatížené chybou ±0,005 g; tato chyba je dána zaokrouhlováním hmotnosti na dvě desetinná místa). Nemá tedy smysl výsledek zaokrouhlovat na více než tři platné cifry, tedy:

$$\text{výtěžek} = 0{,}843 = 84{,}3\ \%.$$

Co se týče výtěžku chemických preparací, bývá zvykem ho uvádět pouze na celá procenta (tedy s přesností na dvě platné cifry), tj. v daném případě 84 %.
Vypočítané výsledky podrobte analýze „selským rozumem", tj. zamyslete se, zda je daný výsledek reálný, a zda mu opravdu náleží daná jednotka (zde si dejte též pozor na řád – např. zda vám hmotnost vyšla v jednotkách kg, g nebo mg).
Pokud je na posledním platném místě vaší navážky či vašeho výsledku nula, uvádějte ji, je

důležitá. Pokud napíšete „navážka 1 g“, znamená to, že jste navážili 1 g s možnou chybou ±0,5 g, tedy v praxi 0,5–1,5 g, což je značný rozptyl. Oproti tomu hodnota navážky 1,00 g je zjištěná s přesností ±0,005 g a leží tedy v intervalu 0,995–1,005 g.

Někdy bývá žádoucí danou veličinu změřit co nejpřesněji. Toho se docílí opakováním měření a následným zprůměrováním sady naměřených hodnot. V takových případech lze zaokrouhlit výsledek na počet platných cifer o jednu vyšší, než jak byly stanoveny jednotlivé hodnoty. I zde je třeba použít selský rozum a přihlédnout k rozptylu průměrovaných hodnot. Např. soubor dat 0,0123, 0,0123, 0,0122 a 0,0123 poskytne průměr 0,01228, který vypadá celkem věrohodně. Ovšem set dat 0,16, 0,17, 0,21 a 0,19 poskytne průměr 0,183, jehož poslední platná cifra věrohodností zjevně neoplývá. Přesně definovaná kritéria pro určení věrohodnosti výsledku zjištěného zprůměrováním více hodnot jsou jasně definovaná v učebnicích statistiky. Rigorózní statistický přístup však leží mimo rámec tohoto kurzu a seznámíte se s ním v pozdějším studiu.

Zvláštní pozornost si zaslouží psaní značek veličin, jejich číselných hodnot a jednotek. Značky veličin se konvenčně zapisují kurzívou, např. tlak p, hmotnost m, molární hmotnost M, objem V apod. Oproti tomu se indexy veličin obvykle píší normálním (stojacím) fontem, např. relativní molární hmotnost M_r, tlak vodní páry p_aq, hmotnost prvního vzorku m_1, spotřeba odečtená při třetí titraci V_3 apod. Výjimku tvoří, je-li veličina funkcí jiné veličiny. Pak se i značka veličiny v indexu píše kurzívou. Např. extinkční koeficient nebo index lomu jsou závislé na použité vlnové délce, a zapisují se proto jako ε_λ a n_λ. Alternativou je uvádění závislosti jedné veličiny na druhé s využitím závorek, tj. $\varepsilon(\lambda)$ a $n(\lambda)$. Důvodem je méně komplikovaný zápis, pokud by byl v „nezávislé“ veličině použit numerický index. Např. koncentrace chloridu měďnatého pak lze pohodlně zapsat jako $c(\mathrm{CuCl_2})$ místo komplikovanějšího zápisu $c_{\mathrm{CuCl_2}}$, což navíc obvykle vede ke změně rozteče mezi řádky a snížení estetického dojmu, jak je vidno i v tomto textu. O vysloveně neestetické variantě c_{CuCl2} asi není třeba se rozepisovat. Nicméně, je-li však hodnota nezávislé veličiny jasně definována, např. je brán v úvahu extinkční koeficient při vlnové délce 480 nm, píše se často tato hodnota v indexu, ovšem již normálním fontem, tj. ε_{480}.

Ve psaní značek veličin tvoří výjimku veličina pH – **ta se píše normálním (stojacím) fontem (tj. ne kurzívou)**.

Podobně jako značky veličin se i označení numerických konstant také obvykle píše kurzívou, např. „N_A“ jako Avogadrova konstanta, „k_B“ jako Boltzmannova konstanta, „e“ jako elementární náboj, „R“ jako univerzální plynová konstanta apod., i když v některých redakčních domech/vydavatelstvích se pro konstanty používá normální (stojací) font. Ať tak či onak, důležité je, aby použitá forma byla konzistentní v celém dokumentu.

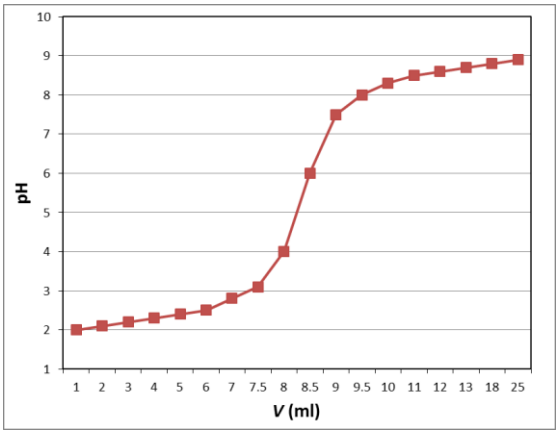
Při zápisu hodnot pište mezi číselnou hodnotu veličiny a její jednotku mezeru. Výjimku tvoří, pokud má uváděná jednotka charakter přídavného jména, např. termín „desetimililitrová baňka“ lze zapsat jako „10ml baňka“, „pětiprocentní roztok“ jako „5% roztok“ apod. Oproti tomu objem „deset mililitrů“ se zapisuje s mezerou, tj. „10 ml“, a koncentrace roztoku „pět procent“ se uvádí jako „5 %“.

Při psaní matematických znamének je vhodné dát pozor na „mínus“. Při stisku klávesy „mínus“ se ve Wordu totiž vysází znak „-“, který je z typografického hlediska špatně a lze jej použít pouze jako spojovníku či rozdělovníku (např. ve slovních obratech jako „budu-li“, „mohu-li“ apod.). Správné „mínus“ je znak, který je stejně dlouhý jako „plus“ a „rovná se“, a leží v řádku ve stejné výšce jako horizontální čárka u „plus“. Zmíněná sada znaků tedy vypadá takto: „− + =“. „Mínus“ lze vložit z klávesnice symbolů v sekci „Matematické operátory“, příp. s použitím hexadecimálního Unicode kódu zapsáním čísla 2212 a následným současným stiskem kláves „Alt“ a „X“, v některých verzích/nastaveních Wordu funguje klávesový příkaz „Alt+2212“ (tj. napsání čísla 2212 při stisknuté klávese „Alt“). V některých fontech však není tento znak triviálně dostupný a lze místo něj použít „pomlčku“, tj. „–“. Ta

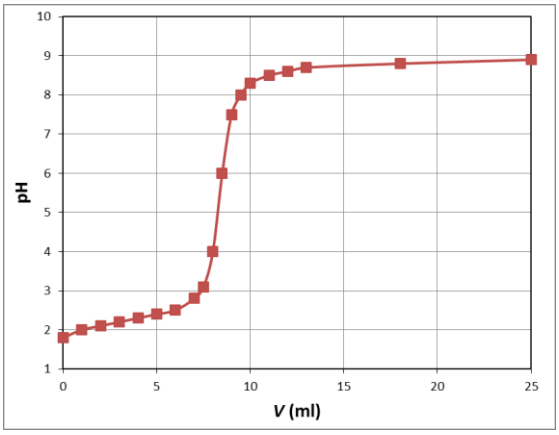
lze vložit přes ASCII kód použitím klávesového příkazu „Alt+0150“, nebo lze využít jejího automatického vytvoření po sekvenci „libovolné písmeno mezera spojovník mezera libovolné písmeno“, tj. např. „a - a“, kdy po stisku mezerníku nebo enteru za posledním znakem této sekvence dojde k automatickému přepsání na „a – a“. Dalším úskalím je znaménko „krát“. Zde je vhodné používat tečku vysázenou v polovině řádku, „·“. Ta lze najít v klávesnici symbolů, příp. lze použít hexadecimální Unicode znak 2219. Stejný znak používejte i pro adukční znaménko, např. v hydrátech typu $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Lze použít i poněkud menší tečku „⋅“ („Alt+0183“), v žádném případě však nepoužívejte hvězdičku „*“ nebo iks „x“. Není doporučováno ani použití křížku „×“, který má význam vektorového (nikoliv skalárního) součinu. I znaménko děleno má své úskalí – při stisku klávesy s lomítkem se vysází znak „/“, který má poněkud jiný sklon než správné lomítko, „∕“ („Alt+2215“). Tato záměna je však obecně akceptovatelná.
Z ostatních věcí stojí za upozornění, že v češtině je správným oddělovníkem desetinných míst čárka, a nikoliv tečka. Píšeme tedy 123,4, nikoliv 123.4.
Posledním často nesprávně používaným znakem je stupeň. Jedná se o kolečko zespoda se dotýkající horního okraje řádku, které má po obvodu konstantní tloušťku čáry. Správný znak najdete v klávesnici symbolů, ovšem až po zvolení fontu „Symbol“. Správný znak vypadá následovně, „°“, nikoliv „º“, „○“ nebo dokonce písmeno „o“ v horním indexu, „ᵒ“. Geometrický stupeň je jediná jednotka, která se od číselné hodnoty neodděluje mezerou. Stupeň Celsiovy stupnice se však mezerou již odděluje. Pravý úhel je tedy 90°, zatímco voda vře při 100 °C.

Grafická prezentace výsledků. V některých úlohách může být požadován i grafický výstup vaší práce (např. zobrazené spektrum, kalibrační křivky při analytických stanoveních, potenciometrické křivky, časový průběh měřených veličin apod.). **Grafy musí být opatřené popisem (název grafu, popis os, uvedení jednotek, ve kterých jsou vyneseny veličiny na osách apod.) a musí na ně být patřičně odkazováno v textu.**

A



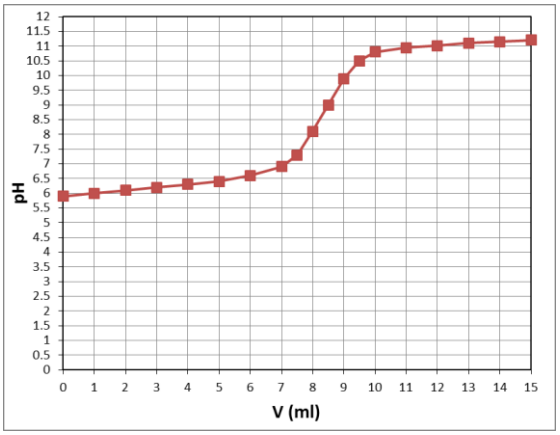
B

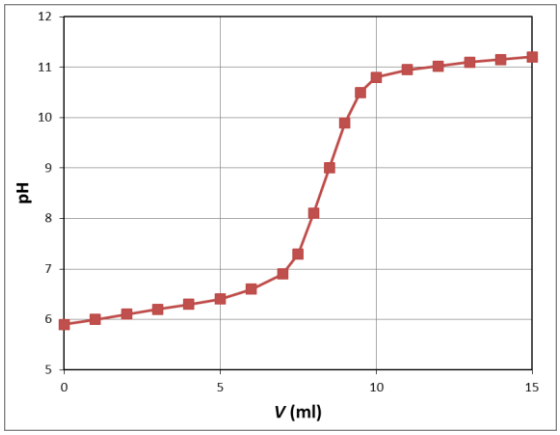


Obr. 1. Titrační křivka vynesená jako A) spojnicový typ grafu (špatně), a B) bodový typ grafu (správně). Všimněte si i pozice popisků/škály na ose *x*.

Hlavní úskalí tkví ve volbě správného typu grafu. Používáte-li k vytvoření grafu program MS Excel, je nutné zvolit typ grafu „Bodový“ (ev. „*x*-*y*“, označení se liší mezi jednotlivými verzemi Excelu), a nikoliv „Spojnicový“. Spojnicový typ grafu pouze vynáší požadovaná data tak, jak jsou za sebou, s ekvidistantním krokem mezi nimi. Na ose *x* jsou tak data vynesena pouze podle svého pořadového čísla, a hodnota nezávislé proměnné je programem brána pouze jako označení/název daného bodu. Datové body ve spojnicovém typu grafu navíc nelze ve většině verzí Excelu prokládat teoretickou funkcí (např. regresí), a pokud je to v některých

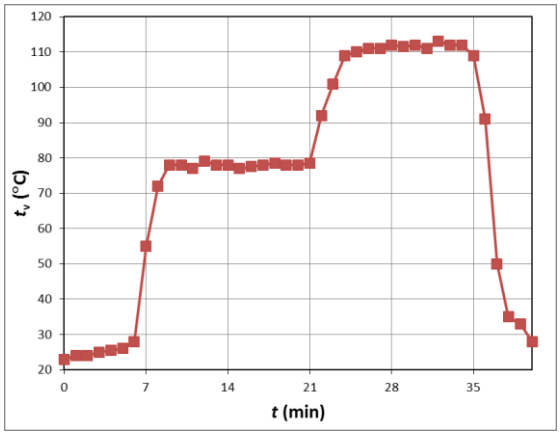
verzích programu dovoleno, pak je výsledek zcela nesmyslný, neboť v takovém případě program považoval za hodnoty na ose *x* pořadová čísla daných dat (tj. 1, 2, 3…), což se ve většině případů nekryje se skutečnou hodnotou nezávislé veličiny. Pouze v bodovém typu grafu jsou hodnoty nezávislé proměnné *x* načítány jako čísla a graf je pak vynesen v kartézských souřadnicích. Rozdíl mezi diskutovanými typy grafu je ukázán na **Obr. 1**.
Grafy by měly být v takovém formátu a s vhodně zvoleným rozsahem os, aby samotná křivka závislosti pokrývala co největší plochu grafu. Zvolený krok mezi hodnotami na osách by měl být rozumně velký, aby byly popisky přehledné a dobře čitelné, viz **Obr. 2**.

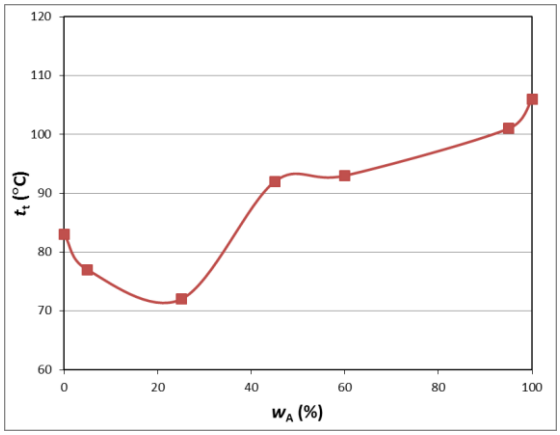
A 

B 

Obr. 2. A) Titrační křivka vynesená nevhodným způsobem – špatně využitá plocha grafu, zbytečně hustě zvolené popisky na osách *x* a *y*, velmi hustá mřížka, desetinná tečka místo čárky v hodnotách osy *y*, opomenutá kurzíva u veličiny *V*. B) Tatáž titrační křivka vynesená vhodněji.

Vzhledem k počtu prstů na standardních lidských končetinách je vhodné při volbě číselného kroku na osách volit násobky pěti nebo deseti; graf, který má osu číslovanou v intervalech např. po sedmi (tj. 7, 14, 21, 28…) je pro čtenáře nepřehledný a působí minimálně velmi nezvykle, viz **Obr. 3**. Pokud chceme do grafu lépe znázornit trend měřené veličiny, můžeme datové body spojit úsečkami (korektnější, ale zubaté) nebo proložit hladkou křivkou (okolahodnější). Pozor, automatický algoritmus vyhlazování křivek v některých tabulkových editorech občas vede k nesmyslným (a fyzikálně neoprávněným) vlnám na prokládající křivce – v takovém případě využijeme raději zubatou úsečkovou spojnici a spojnici experimentálních bodů označíme jako „vodítko pro oko“, „pro lepší orientaci“ apod., viz **Obr. 3**, případně body raději nespojujeme vůbec.

A 

B 

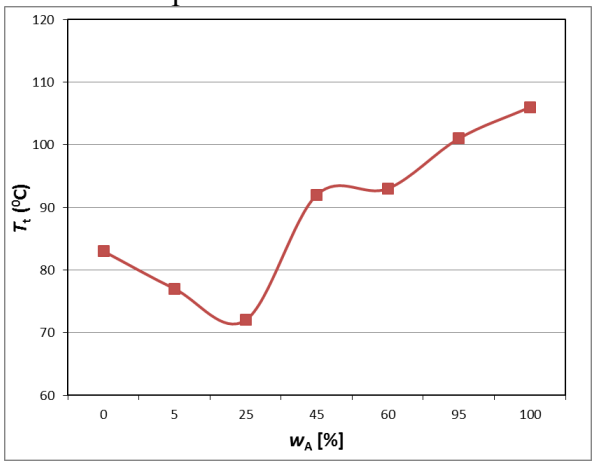
Obr. 3. A) Nevhodné vynesení grafické závislosti teploty varu na čase – nestandardní číselný krok na ose *x*. B) Nevhodné proložení experimentálních dat hladkou křivkou tvořící vlnu.

Závěrem protokolu se prezentují dosažené výsledky. Měla by zaznít diskuse případné pozorované odchylky od očekávaného výsledku či tabelovaných hodnot. Vyvarujte se subjektivním hodnocením typu: „~~Úloha se mi líbila.~~“ nebo „~~Hodně jsme se dnes naučili.~~“.
Vzor protokolu je uveden v **kapitole 6** těchto skript. Specifické požadavky na konkrétní protokoly a jejich přílohy jsou uvedeny u jednotlivých úloh.

V následujících úryvcích textu jsou ukázány chyby, kterých se studenti při psaní protokolů dopouštějí (všechny použité chyby se reálně vyskytly v odevzdaných protokolech, naštěstí ne pohromadě). Pokuste se je nalézt a opravit:

Do 50 ml Erlenmayerovy baňky bylo vneseno 1.85g Na_2SO_4 a 3,22g $CuSO_4$*$5H_2O$. Vložilo se míchátko a přidalo se 20 ml vody. Na topném míchadle byla směs rozpuštěna zahřátím na 85 ^{o}C. Roztok byl přefiltrován do 100ml kádinky a ponechán krystalizovat přes noc. Krystaly $Na_2Cu(SO4)_2$*$6H_2O$ byli odsáty na fritě, promity 10 ml EtOH a vysušeny prosátím vzduchu. Výtěžek 2,33 g (46 %].

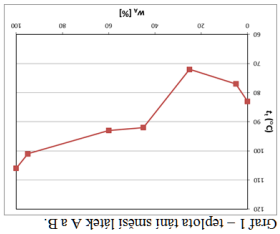
Z navážek látek A a B byly připraveny směsi obsahující 0, 5, 25, 45, 60, 95 a 100% látky A (obsah látky B byl komplementární do 100%). Směsy byly zhomogenizovány rozetřením v třecí misce a poté se naplnily do kapilár (každou směsí se plnili vždy 2 kapiláry) do výšky 3mm. Kapiláry byly zataveny. Každá směs byla stanovena dvakrát. Graf č. 1 – teplota tání směsí látek A a B.



Graf č. 1 – teplota tání směsí látek A a B.

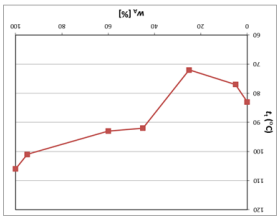
Do 50ml Erlenmeyerovy baňky bylo vneseno 1,85 g (13,0 mmol) Na_2SO_4 a 3,22 g (12,9 mmol) $CuSO_4$·$5H_2O$. Bylo vloženo míchadlo a přidáno 20 ml vody. Na topné míchačce byla směs rozpuštěna zahřátím na 85 °C. Roztok byl přefiltrován do 100ml kádinky a ponechán krystalizovat přes noc. Krystaly $Na_2Cu(SO_4)_2$·$6H_2O$ byly odsáty na fritě, promyty 10 ml EtOH a vysušeny prosátím vzduchu. Výtěžek činil 2,33 g (44 %).

Z navážek látek A a B byly připraveny směsi obsahující 0, 5, 25, 45, 60, 95 a 100 % látky A (obsah látky B byl komplementární do 100 %). Směsi byly zhomogenizovány rozetřením v třecí misce a poté jimi byly naplněny kapiláry (každou směsí byly naplněny vždy 2 kapiláry) do výšky 3 mm. Kapiláry byly zataveny do bodotávku a byla stanovena teplota tání jednotlivých směsí. Výsledek je vynesen v Grafu 1.



Graf 1 – teplota tání směsí látek A a B.

Z navážek látek A a B byly připraveny směsi obsahující 0, 5, 25, 45, 60, 95 a 100,% látky A (obsah látky B byl komplementární do 100 %). Směsyi byly zhomogenizovány rozetřením v třecí misce a poté naplněny kapiláry (každou směsí se plnilibyly naplněny vždy 2 kapiláry) do výšky 3 mm. Kapiláry byly zasetřenyjsou do bodotávku a a směsi byla stanovena teplota tání jednotlivých směsí. Výsledek ukazuje v Grafu 1.



Graf 1 – teplota tání směsí látek A a B. Použití hladké spojnice bodů vede k vlnám. Symbol teploty udávané ve stupních Celsia je malé „t“ (velké „T“ přísluší termodynamické teplotě v Kelvinech). Je použitý špatný symbol pro stupeň. Lépe by vypadal např. graf.

2. Bezpečnost a ochrana zdraví při práci v chemické laboratoři

Chemická laboratoř je pracoviště, které z hlediska vašeho zdraví představuje poměrně vysoké riziko. Nerespektování zásad a bezpečnostních pravidel pro práci v laboratoři může vést k újmě na zdraví jak viníka, tak i dalších přítomných osob, a může být příčinou značných hmotných škod. Proto je nezbytné, aby si každý pracovník v chemické laboratoři počínal tak, aby nezavinil nebezpečnou situaci. Pokud už k takové situaci dojde, podle svých možností co nejúčinněji zabraňte poškození zdraví lidí a poškození majetku. Posluchač, který se účastní laboratorního cvičení, je povinen znát zde uvedená pravidla bezpečné práce a řídit se jimi.

2.1 Pravidla bezpečnosti práce

Kromě obecně známých pravidel, že *v chemické laboratoři se nejí, nepije a nekouří,* jsou ostatní zásady méně zjevné, a proto budou probrány důkladněji.

V chemické laboratoři nesmějí pracovat těhotné ženy.

Před vstupem do praktika si *přepněte mobilní telefon do tichého režimu*. Náhlé hlasité zazvonění může vést k úleku a zbrklým akcím.

Při práci v laboratoři *musíte být oblečeni do pracovního pláště*. Ten musí být bavlněný a vpředu rozepínatelný (tj. pláště, které se navlékají přes hlavu, nejsou akceptovatelné – při jejich potřísnění chemikáliemi se z nich snadno nedostanete). V kapse pláště je vhodné mít bavlněný hadr na utírání malého množství rozlitých chemikálií. Při pobytu v laboratoři *musíte mít nasazeny ochranné brýle*, a to nejen při vašich pokusech, ale po celou dobu pobytu v laboratoři – nikdo vám nezaručí, že nebezpečí pro vaše oči nemůže přijít od vedle pracujícího kolegy. Funkci ochranných brýlí mohou převzít brýle dioptrické (pokud mají rozumnou plochu), používání kontaktních čoček je v laboratoři nepřípustné. Rizikem jsou též dlouhé vlasy. Ty je nutné stáhnout do culíku/copu a zastrčit za límec pláště. Na nohou je vhodné mít přezůvky s pevnou patou, aby vás v případě potřeby obuv neomezovala v rychlém pohybu. *Při pracích se žíravinami (kyselinami, zásadami) používejte ochranné rukavice. Při pracích za sníženého tlaku používejte ochranný štít.* Vždy je třeba dbát, aby nedošlo k potřísnění pokožky nejen žíravinami, ale jakýmikoliv chemikáliemi. Pokud k tomu dojde, je nutné potřísněné místo co nejdříve omýt proudem vody a případně dále ošetřit.

Není dovoleno provádět jiné pokusy než ty, které jsou dané rozpisem úloh. V případě, že si chcete některou z úloh nahradit v jiné paralelce, musíte předem získat souhlas vyučujícího. Před započetím pokusu (v rámci domácí přípravy) je nutné si ujasnit jeho průběh a pochopit smysl jednotlivých úkolů. Pokud vám zůstanou nejasnosti i po prostudování pracovního předpisu, **požádejte o radu** vyučujícího. **Není to ostuda.** Úpravy předepsaného postupu smí provádět pouze vyučující, vy jste povinni předepsaný postup a případné pokyny vyučujícího důsledně dodržet.

Komplikovanější aparatury je třeba stavět s nejvyšší pečlivostí. *Aparatura, která je v chodu, nesmí nikdy zůstat bez dozoru.*

Vždy je třeba dbát na pořádek a čistotu. Na stole či v digestoři nesmějí být nepotřebné předměty. Nádobí znečištěné od chemikálií umyjte co nejdříve po použití. Rozlitá voda, rozlitý olej a rozlité nebo rozsypané chemikálie, ať už na stole, v digestoři nebo na podlaze, musí být neprodleně odstraněny.

Každá vám *neznámá látka je* potenciálně *nebezpečná,* chovejte se k ní podle toho.

Páry kovové rtuti jsou velmi toxické. Při případném rozlití rtuti (rozbití teploměru nebo manometru) je proto nutné nehodu neprodleně nahlásit pedagogickému dozoru. Je třeba zamezit zatečení rtuti do nedostupných míst (např. pod nábytek). Pomocí navlhčeného papíru lze shrnout menší kapičky do větších kapek, které lze sebrat do lékovky. Zbytky rozsypané rtuti je třeba eliminovat chemicky – např. posypáním práškovým zinkem nebo práškovou

sírou (vytvoří netěkavý amalgám, resp. nerozpustný sulfid HgS).
S těkavými látkami, jejichž páry jsou hořlavé, je třeba manipulovat mimo dosah plamene, nejlépe v digestoři se zapnutým odtahem. V digestoři pracujte i s látkami, které jsou zdraví škodlivé nebo dráždivé.
Při rozlití hořlavých kapalin je nutné okamžitě zhasnout kahany, při větším incidentu vypnout přívod elektrického proudu do laboratoře (hlavním jističem umístěným napravo od vstupních dveří) a zajistit důkladné odvětrání místnosti.
Nasávání kapalin do pipet se nesmí provádět ústy. Používejte pipetovací písty nebo balónky.
Je třeba mít na paměti, že účinek mnoha látek na organizmus je individuální. Zatímco u některé osoby se po expozici určitou látkou žádné následky neprojeví, u jiné osoby může stejná expozice stejnou látkou vyvolat otravu, alergickou reakci, ekzém apod.
Produkty po jejich odhlášení a schválení pedagogickým dozorem dávejte do určených sběrných nádob. I kapalné odpady (např. destilační zbytky nebo odpadní rozpouštědla) vylévejte do určených nádob. Odpadní rozpouštědla se rozdělují na chlorovaná a nechlorovaná – je to z důvodu rozdílné teploty a technologie spalování při jejich likvidaci.
Zbytky chemikálií (při mytí chemického nádobí apod.) splachujte do výlevky velkým množstvím vody. Pevné odpady vyhazujte do odpadkových košů umístěných ve skříňkách pod dřezem a vedle pracovních stolů. *Rozbité sklo patří do zvláštního odpadkového koše* umístěného také pod dřezem a označeného nápisem SKLO.
Únikové cesty musí zůstat trvale volné. Batohy a větší tašky proto nechávejte zamčené ve skříňkách na chodbě.
Při práci s elektrickými spotřebiči se nesmíte dotýkat topných ploch míchaček a hnízd (může dojít nejen ke spálení, ale i k úrazu elektrickým proudem). *Na vypínače přístrojů je možné sahat pouze suchou rukou.*
Pokud v laboratoři dojde k požáru, dejte to najevo svým kolegům i pedagogickému dozoru hlasitým výkřikem hoří. Dále jednejte podle instrukcí vyučujícího. V rámci svých možností zamezte šíření požáru (odstraněním hořlavých látek z dosahu plamene) a pomozte s jeho likvidací. V laboratoři se nalézá hasící rouška (nehořlavá textilie, která se při malém požáru přehodí přes hořící objekt a zamezí přístupu vzduchu) a hasicí přístroj. Rozhodnutí o použití těchto hasících prostředků nechejte na pedagogickém dozoru. *Při větším požáru v laboratoři neprodleně opusťte místnost.*

2.2 První pomoc

První pomoc při zasažení pokožky i očí jakoukoliv chemikálií je vždy opláchnutí postiženého místa značným proudem vody. V žádném případě při potřísnění kyselinou nebo zásadou na sobě neprovádějte neutralizační reakce, ale vždy se nejdříve omyjte vodou. Při ošetření oka rozhodují o závažnosti následků zlomky sekund, ale při polití kůže na rukou mnohdy dojde ke zbytečnému druhotnému úrazu během zběsilého úprku studenta k umyvadlu. Pokožka vydrží bez poškození i několikasekundový kontakt např. s koncentrovanou kyselinou sírovou, proto k umyvadlu můžete dojít i bez chaotického strkání a vrážení do kolegů.
Při drobném *popálení* (např. při uchopení žhavého předmětu) je nutné postižené místo co nejdříve *ochladit pod proudem studené vody*. *Větší otevřené popáleniny se neomývají*, pouze *ovážou sterilním obvazem. Poté je nutné vyhledat lékařskou pomoc.*
Při náhodném polknutí chemikálie se postupuje individuálně podle jejího charakteru. *V žádném případě se nesnažte o neutralizaci spolknuté žíraviny v žaludku.*
Při náhodné otravě plynem (chlorem, amoniakem, sulfanem, oxidem uhelnatým) je nutné postiženého co nejdříve dopravit na čerstvý vzduch a ponechat v klidu. V případě těžší otravy je nutné neprodleně zajistit lékařskou pomoc.
Každý úraz (i nechemický, např. při pořezání rozbitým sklem) musí být zaprotokolovaný, nahlaste jej tedy dozorujícímu pedagogovi. Postup dalšího ošetření určí pedagogický dozor.

3. Vybavení laboratoře

Chemická laboratoř je místnost, která je určena k provádění chemických pokusů. Většina laboratorních prací se provádí na pracovních stolech. Tyto stoly jsou opatřeny přívodem vody a elektřiny (230 V), u některých stolů je zaveden i zemní plyn a trojfázový proud (3 × 400 V). Pod každým vodovodním ventilem je odvod do kanalizace. V těsné blízkosti pracovních stolů jsou keramické výlevky s přívody studené i teplé vody.
Ve skříňkách pod dřezem se nacházejí dvojice *odpadkových košů*. Jeden z košů je určen k vyhazování běžného odpadu (použité filtrační papíry, varné kamínky apod.), druhý (označený nápisem SKLO) k vyhazování skleněných střepů (rozbité nádobí, použité skleněné kapiláry, zbytky trubiček po práci s roztaveným sklem apod.). Běžný odpad lze vyhazovat též do odpadkových košů umístěných vedle pracovních stolů.
Pro práci s látkami, jejichž výpary jsou zdraví škodlivé anebo páchnou, slouží *digestoře*. Digestoř je pracovní stůl u zdi, jehož pracovní deska je překryta zasklenou skříní. Přední stěnu tvoří svisle posuvné okno. Z digestoře vychází potrubí, jímž je pomocí ventilátoru odsáván vzduch s výpary chemikálií, dýmy, zdraví škodlivými plyny apod. mimo budovu. Stejně jako otevřené pracovní stoly jsou digestoře opatřeny přívody vody, zemního plynu, elektřiny a odvody do kanalizace. K zapnutí odtahu digestoře slouží vypínače na zdi vedle digestoří, případně vypínače pod pracovní deskou. Zapnutí odsávání je signalizováno rozsvícením kontrolního modrého světla u vypínače.

3.1 Laboratorní sklo

Sklo je nejrozšířenějším materiálem, z něhož je vyrobena drtivá většina laboratorního nádobí. Je tomu tak proto, že sklo je průhledné, takže lze vizuálně kontrolovat (pozorovat) děje probíhající v reagujících směsích. Kromě toho je sklo vysoce chemicky odolné; v podstatě jej poškozují pouze kyselina fluorovodíková a horké koncentrované roztoky hydroxidů. Nevýhodou skla je však jeho křehkost. Proto je potřeba manipulovat se skleněnými předměty tak, aby se předešlo jejich pádům nebo nárazům. Při stavbě aparatur je třeba dbát na to, aby jednotlivé součásti byly co nejméně mechanicky namáhány. Mezi kovovými upevňovacími součástmi a sklem musí být vrstva měkkého materiálu (korek, pryž). Sklo používané pro výrobu chemického nádobí sice snáší podstatně větší teplotní gradienty než sklo, z něhož se vyrábějí běžné užitné předměty, ale i zde např. ponoření plamenem zahřáté zkumavky do studené vody nebo prudké zahřátí studené zkumavky plamenem může vést k jejímu prasknutí. Silnostěnné nádoby vůbec nelze použít k zahřívání. Odolnost proti prasknutí vlivem teplotních gradientů významně snižují též povrchové rýhy. Proto před vlastním pokusem zkontrolujte, zda není používaný kus skla příliš poškrábaný. Zvláštní pozornost věnujte tomu, zda není v používaném nádobí prasklina, mající často tvar tzv. *pavoučka*. Zatímco v mírně poškrábaném nádobí lze s opatrností pracovat, *prasklé nádobí se nesmí používat*.
Nádobí umývejte ihned po použití. Jsou-li zbytky chemikálií rozpustné ve vodě, postačí vymýt nádobí studenou nebo teplou vodou podle potřeby, eventuálně s použitím saponátu. Odstranění odolnějších nečistot můžete napomoci kartáčem nebo štětkou. K vymytí chemikálií nerozpustných ve vodě můžete použít malé množství organických rozpouštědel, v případě vámi prováděných úloh postačuje ethanol. Umyté nádobí nechejte vyschnout volně na vzduchu v takové poloze, aby poslední kapky vody či ethanolu mohly vytéci.
Pro čištění velmi špinavého nádobí slouží i různé typy čistících (odmašťovacích) lázní. Do těch se vloží předmyté nádobí a po několikahodinovém až několikadenním stání se nádobí vyjme a umyje. Složení lázní bývá různé; záleží na charakteru nečistot. Nejčastěji se používají alkalické lázně se saponátem, případně doplněné o vhodné komplexační činidlo (např. Chelaton III), bránící usazování vodního kamene (a pomáhající rozpouštět anorganické

nečistoty).
Extrémně znečištěné sklo lze umýt směsí koncentrované kyseliny sírové a peroxidu vodíku, eventuálně alkalickým roztokem manganistanu draselného a následným opláchnutím kyselinou chlorovodíkovou. Tato činidla jsou však extrémně agresivní, a při jejich používání je nutná značná opatrnost a maximální využití ochranných pomůcek (silné pryžové rukavice, ochranný štít, práce v digestoři apod.). Během vaší práce v tomto praktiku se ale s nutností použít těchto agresivních mycích směsí nesetkáte.

3.1.1 Zábrusy

Ke spojení několika kusů chemického skla se používají *zábrusy*. Jedná se o přesně vysoustružené a zdrsněné plochy, jejichž rozměry jsou normalizované, a které na sebe přesně dosedají. Většinou mají mírně kuželovitý tvar a jsou dvojího typu – *plášť* (zabroušená je vnitřní plocha, typicky vnitřek hrdla baňky), a *jádra* (zabroušená je vnější plocha, typicky zátka). Nejčastější rozměry zábrusů jsou NZ14 a NZ29 (číslo označuje horní průměr zábrusu v milimetrech). Zábrusové spoje mohou být ale i kulovitě (např. v odparkách, viz **kapitola 3.5.6**) nebo rovné (u exsikátorů, viz **kapitola 3.1.14**3.1.143.1.14).
Zábrusy bývají náchylné k tzv. *zapečení* (nerozebratelnému spojení jádra a pláště, ke kterému dochází zvláště při pracích s alkalickými roztoky nebo při práci za sníženého tlaku), a protože jsou jimi vybaveny většinou dražší kusy chemického skla, vyplatí se s nimi zacházet podle následujících pravidel:
Před sestavením dílů je třeba zábrusy namazat. Nejčastěji se používá vazelína, Ramsayův tuk (směs vazelíny a kaučuku) nebo silikonový tuk. Před sesazením spoje mírně namažte jádro (stačí podélná čára vytvořená tukem přes celou délku zábrusu), a po zasunutí do pláště jádrem otočte. Tím docílíte rovnoměrného namazání celé plochy zábrusu. Použité mazadlo by nemělo vystupovat ze zábrusu. Správným namazáním se zábrus zprůhlední. Zábrusové spoje je třeba rozebrat co nejdříve po skončení práce a pečlivě je vyčistit i od zbytků tuku, např. otřením buničinou s ethyl-acetátem. Pokud nelze zábrus lehce rozebrat, můžete jej vyviklávat přes gumovou rukavici. Občas se zábrus uvolní i opatrným poklepem na dřevěný předmět. Pokud neuspějete ani takto, můžete plášť zábrusu zahřát pomocí horkovzdušné pistole nebo opatrně nad (svítivým) plamenem; tím se plášť poněkud roztáhne a jádro se uvolní.
Zvláštní pozornosti zasluhuje mazání kohoutů. Jádra kohoutů mažte jen mírně a po stranách tak, aby při otáčení kohoutem nedošlo k zanesení otvoru v jádře kohoutu tukem. Pozor, novější chemické nádobí mívá teflonová jádra kohoutů – takové kohouty se nemažou.

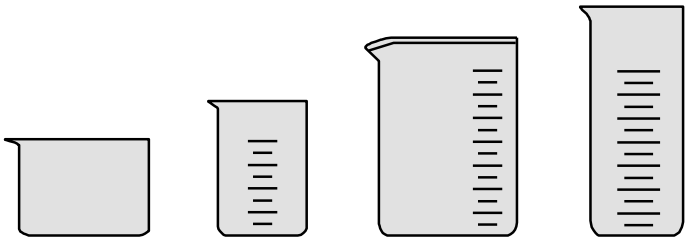
3.1.2 Zkumavky

Zkumavky jsou protáhlé nádoby válcovitého tvaru s kulatým dnem. Jsou různých velikostí, nejběžnější jsou o vnitřním objemu 5–20 ml. Slouží pro orientační a kontrolní zkoušky, krystalizaci malých množství látek a různé pokusy v malém měřítku. Tenkostěnné zkumavky je možné zahřívat přímým plamenem.

3.1.3 Kádinky

Kádinky (**Obr. 4**) jsou širší válcové nádoby s plochým dnem, často s ryskami **orientačně** ukazujícími vnitřní objem. Bývají opatřeny tzv. *hubičkou* (někdy označovanou jako *zobáček*), která usnadňuje a usměrňuje vylévání kapaliny. Mohou sloužit k provádění reakcí mezi netěkavými látkami, případně k provádění reakcí, při nichž dochází k uvolňování velkého množství plynu (a kypění reakční směsi – v kádinkách se totiž relativně snadno rozrušuje vznikající pěna). Bez problémů snesou zahřívání plamenem. Mohou tedy sloužit i ke krystalizacím z horkých vodných roztoků. Odpar vody lze snížit přikrytím kádinky hodinovým sklem. Dále jsou vhodné k orientačnímu odměřování objemu kapalin, k nalévání

kapalin do reakčních nádob, ale i k navažování pevných látek. *Kádinky nelze použít k zahřívání těkavých organických rozpouštědel.*
Občas při vylévání kapaliny z kádinky dochází k tzv. *efektu čajové konvice*, kdy kapalina přilne ke vnější stěně kádinky a stéká po ní. Tomuto jevu lze úspěšně zabránit podmáznutím vnější strany hubičky vazelínou, Ramsayovým tukem nebo silikonovým tukem. Alternativou je vylévat kapalinu po tyčince přiložené k hubičce kádinky.



Obr. 4. Skleněné nádobí I – kádinky.

3.1.4 Baňky

Baňky jsou snad nejběžnějšími kusy skla používanými v chemických laboratořích. Podle jejich primárního určení mají různé tvary, vhodné pro daný účel (**Obr. 5**). V současné době bývá jejich hrdlo opatřené zábrusem, ale starší (a levnější) typy mají hrdla nezábrusová.

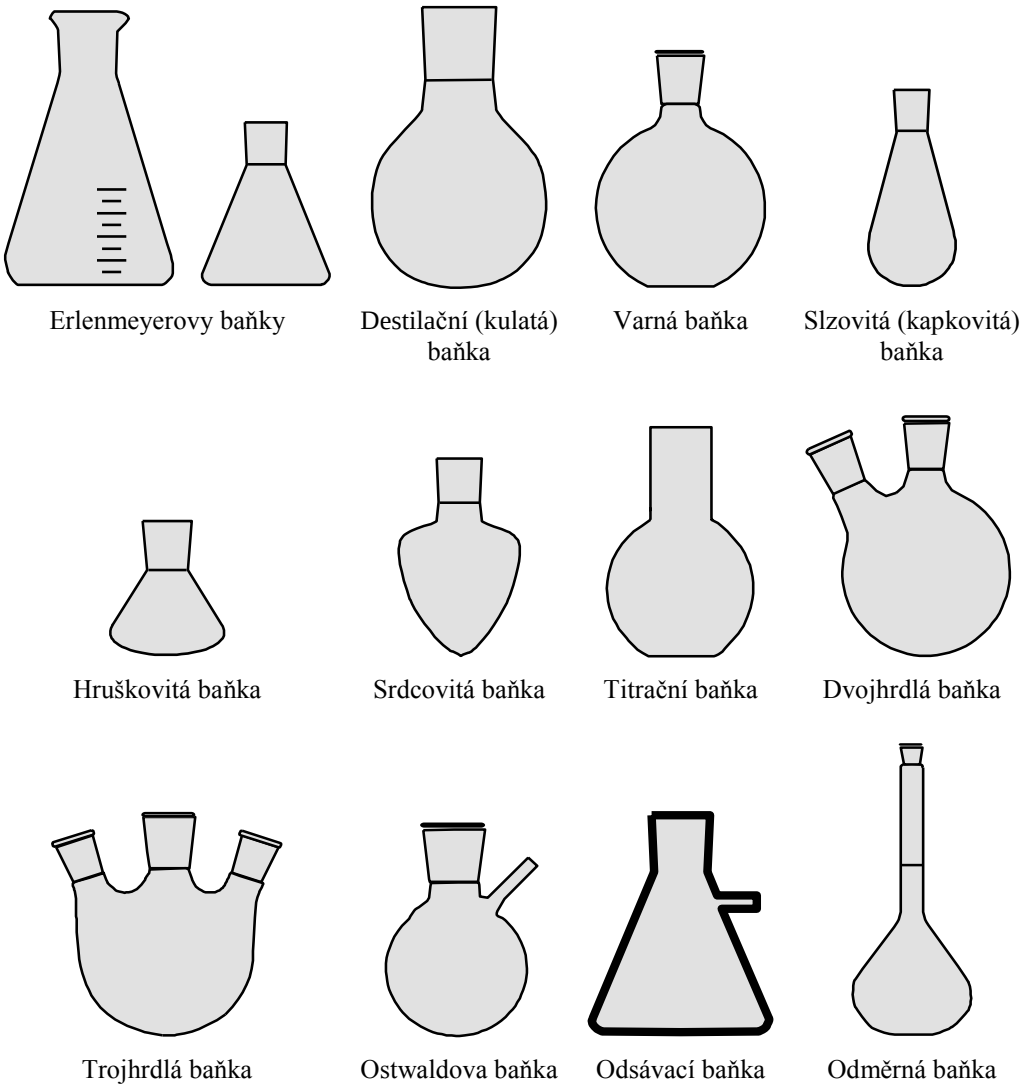
Erlenmeyerovy baňky (tzv. *erlenky*) mají kuželovitý tvar. Lze je zahřívat, přičemž únik par z otevřené baňky je podstatně menší než z kádinky. Navíc lze odpar dále snížit např. vložením nálevky do hrdla zahřívané Erlenmeyerovy baňky. Hodí se jako reakční nádoby (a to i pro zahřívání organických rozpouštědel; v těchto případech je ovšem nutné je opatřit chladičem). Dále jsou vhodné pro navažování, přechovávání kapalin či ke krystalizacím. Nejsou vhodné k provádění reakcí, při nichž dochází k vývoji plynů a k tvorbě pěny. Vzhledem ke kónickému tvaru stěn totiž může snadno dojít k vykypění směsi ven z baňky. **Erlenku nelze použít pro práce za sníženého tlaku** (toto platí obecně pro všechny tenkostěnné nádoby s plochým dnem) – hrozí imploze.

Destilační (kulaté) baňky mají kulovitý tvar a *lze je používat pro práce za sníženého tlaku*. Velmi podobné jim jsou *varné baňky*, které se liší od baněk destilačních tím, že mají z části ploché dno. Oba typy se používají jako reakční nádoby, k destilacím a jako jímadla destilátů. *Varné baňky se však nesmějí používat při práci za sníženého tlaku.*

Hruškovité, slzovité (kapkovité) a *srdcovité baňky* mívají malý vnitřní objem (nejvýše 250 ml), a jsou nejčastěji opatřeny zábrusem NZ14. *Lze s nimi pracovat za sníženého tlaku*, a uplatňují se jako reakční nádoby a k destilacím.

Titrační baňky jsou podobné baňkám varným, mají však podstatně širší hrdlo bez zábrusu, které umožňuje pohodlné přidávání titračního činidla pomocí byrety (viz **kapitola 3.1.18**). Jsou tenkostěnné, lze je tedy v případě potřeby zahřát (některá speciální titrační stanovení je nutné provádět zahorka). *Slouží však výhradně k provádění titrací* (viz **kapitola 4.23**).

Dvojhrdlé a *vícehrdlé baňky* jsou modifikacemi destilačních baněk. Používají se jako reagenční nádoby v případech, kdy nestačí jediné hrdlo baňky – např. při přidávání reaktantů do reakční směsi za současného zahřívání pod zpětným chladičem apod. *Lze je bez problémů evakuovat.*



Obr. 5. Skleněné nádobí II – baňky.

Zvláštním typem baněk jsou *baňky Ostwaldovy*. Ty jsou opatřeny postranní trubicí a slouží převážně k vyvíjení plynů, např. CO_2 nebo SO_2 rozkladem pevných uhličitanů, resp. siřičitanů.

Odsávací baňka je silnostěnná kuželovitá baňka s postranní olivkou. *Je určena pro filtraci za sníženého tlaku*, a jako každé silnostěnné sklo *se nesmí zahřívat*.

Odměrné baňky slouží k přípravě zásobních roztoků používaných v odměrné analýze. Jsou to kuželovité baňky opatřené dlouhým úzkým hrdlem s ryskou. Odměrné baňky jsou *kalibrované na dolití* – ryska na jejich hrdle označuje přesný vnitřní objem při dané teplotě (viz **kapitola 4.3**). Baňky tohoto typu *nelze evakuovat ani zahřívat plamenem*.

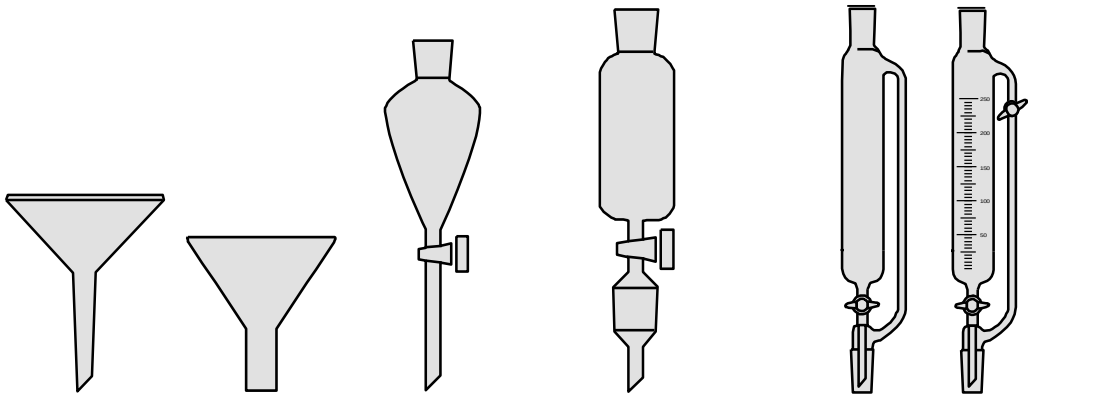
3.1.5 Nálevky a násypky

Nálevky (**Obr. 6**) se používají nejen k nalévání kapalin do nádob s úzkým hrdlem, ale po vložení filtračního papíru také k filtracím (viz **kapitola 4.12.1**). Nálevky mohou být i silnostěnné; ty jsou pak určeny (po předchozím opatrném vyhřátí) k filtraci horkých roztoků, když hrozí nebezpečí, že by při delší filtraci (spojené s ochlazením filtrované směsi) došlo např. k vykrystalování produktu ještě na filtračním papíře. Zvláštním typem jsou pak nálevky

žebrované, které slouží hlavně k filtraci přes skládaný filtrační papír. *Násypky* (**Obr. 6**) slouží ke vpravení sypkých chemikálii do reakčních baněk bez zašpinění hrdla baňky.

3.1.6 Dělící a přikapávací nálevky

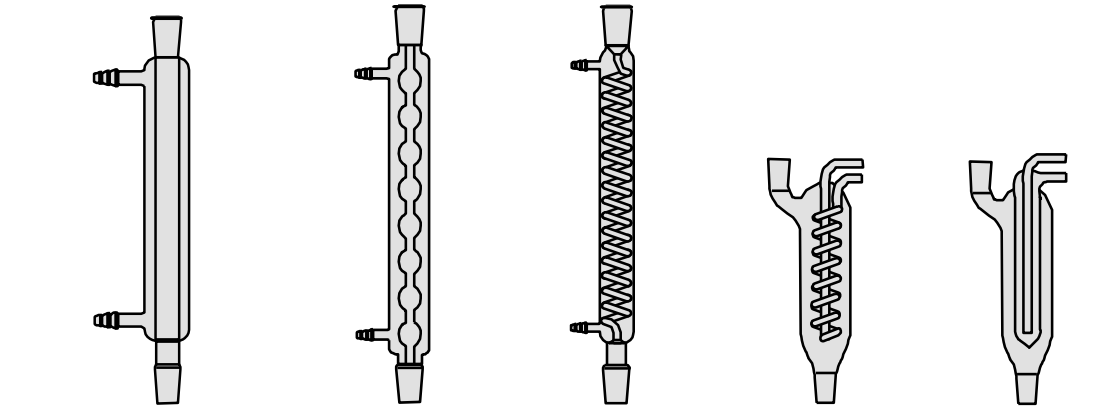
Dělící nálevky (slangově označované jako tzv. *děličky*, **Obr. 6**) slouží k oddělování nemísících se kapalin podle jejich hustoty. Jsou to nádoby nejčastěji kónického tvaru, opatřené nahoře zábrusem (uzavíratelným zátkou), a dole kohoutem s trubicí (stonkem). Mohou též sloužit k pomalému přikapávání roztoku reaktantu do reakční směsi. K tomuto účelu však speciálně slouží *přikapávací nálevky* (tzv. *přikapávačky*, **Obr. 6**), které jsou na rozdíl od dělících nálevek obvykle válcovité, často s ryskami označujícími vnitřní objem a s trubičkou na vyrovnávání tlaku. Bývají též opatřeny zábrusem pro nasazení na aparaturu.



Obr. 6. Skleněné nádobí III.

3.1.7 Chladiče

Chladiče slouží k ochlazení par vroucích směsí (**Obr. 7**). Pokud je vzniklý kondenzát vracen zpět do reakční nádoby (při *zahřívání k varu*, slangově označovaném jako tzv. *refluxování*), používá se *zpětný chladič*. Při *destilacích* (kdy se kondenzát nechává odkapávat do jiné nádoby) se používá *sestupný chladič*. Jako sestupný chladič se používá nejčastěji rovný chladič, který se spojí s destilační baňkou pomocí destilačního nástavce, a na druhé straně se opatří alonží a předlohou pro jímání destilátu, případně i vemínkem (viz **kapitoly 3.1.8** a **4.14**).



Obr. 7. Skleněné nádobí IV – chladiče.

Chladícím mediem bývá nejčastěji voda, která cirkuluje tělem chladiče. Nejlepšího chlazení je dosaženo, pokud chladící voda proudí odspodu nahoru; při tomto uspořádání dojde k naplnění celého objemu chladiče vodou a výměna tepla je nejúčinnější. K zapojování chladícího okruhu je tedy třeba přistupovat s rozmyslem, a přívodní hadičku zapojit vždy na spodní olivku chladiče.
Zpětné chladiče jsou několika typů, např. *rovný* (*Liebigův*) *chladič, kuličkový chladič, spirálový chladič, Dimrothův chladič* nebo *prstový chladič*. Spirálové a Dimrothovy chladiče jsou z hlediska chlazení nejúčinnější, avšak jsou nejpracněji vyrobitelné a tudíž nejdražší. U spirálového chladiče chladící voda proudí kolem spirály a ke kondenzaci par (a chlazení reakční směsi) dochází ve spirále, u Dimrothova chladiče protéká chladící voda vnitřkem spirály a ke kondenzaci par dochází vně spirály. Dimrothovy a prstové chladiče mají obvykle obě olivky (pro přívod i odvod chladící vody) umístěny nahoře. V těchto případech zapojujte chladič tak, aby bylo jeho tělo plné chladící vody.
Existují i různé speciální chladiče, které umožňují chlazení par vroucí kapaliny pomocí nízkoteplotních směsí, např. směsi ethanolu a pevného CO_2 (tzv. suchého ledu).

3.1.8 Destilační nástavce a alonže

Při destilacích se ke spojení destilační baňky se sestupným chladičem používají různé typy *destilačních nástavců* (**Obr. 8**). Jejich horní otvor slouží k zasunutí teploměru (pro přesné měření teploty destilovaných par), a na boční trubici se nasazuje sestupný chladič.
Na spodní část chladiče se při destilacích nasazuje *alonž* (**Obr. 8**). Ta slouží k usměrnění toku destilátu do předlohy (kádinky, baňky). Pokud je alonž opatřena zábrusem sloužícím ke spojení s destilační předlohou, musí být opatřena postranní trubičkou (olivkou) pro vyrovnávání tlaku uvnitř aparatury s okolím. Tento typ alonže pak může sloužit i pro destilace za sníženého tlaku – olivky se v této situaci používá k připojení destilační aparatury na zdroj vakua (viz **kapitola 4.14.1**).
Na chladič nebo alonž lze nasadit i tzv. *vemínko* (**Obr. 8**), které umožňuje pohodlnou výměnu destilačních předloh (baněk) bez nutnosti rozebírat aparaturu. To je výhodné zvláště při destilacích za sníženého tlaku (viz **kapitola 4.14.1**). Někdy se můžete setkat s destilační aparaturou, kde jsou všechny základní prvky (destilační nástavec, chladič i alonž) integrovány do jediného kusu skla.

3.1.9 Redukce

Ke spojování kusů laboratorního skla s různě velkými zábrusy se používají *redukce* (**Obr. 8**). Jedná se o skleněné trubice, které mají na jednom konci zábrusové jádro, a na druhém konci plášť. Používají se nejčastěji při připevňování malých baněk (NZ14) na rotační vakuovou odparku (odparky jsou standardně vybaveny trubicí s NZ29).

3.1.10 Pojistné (Woulffovy) láhve

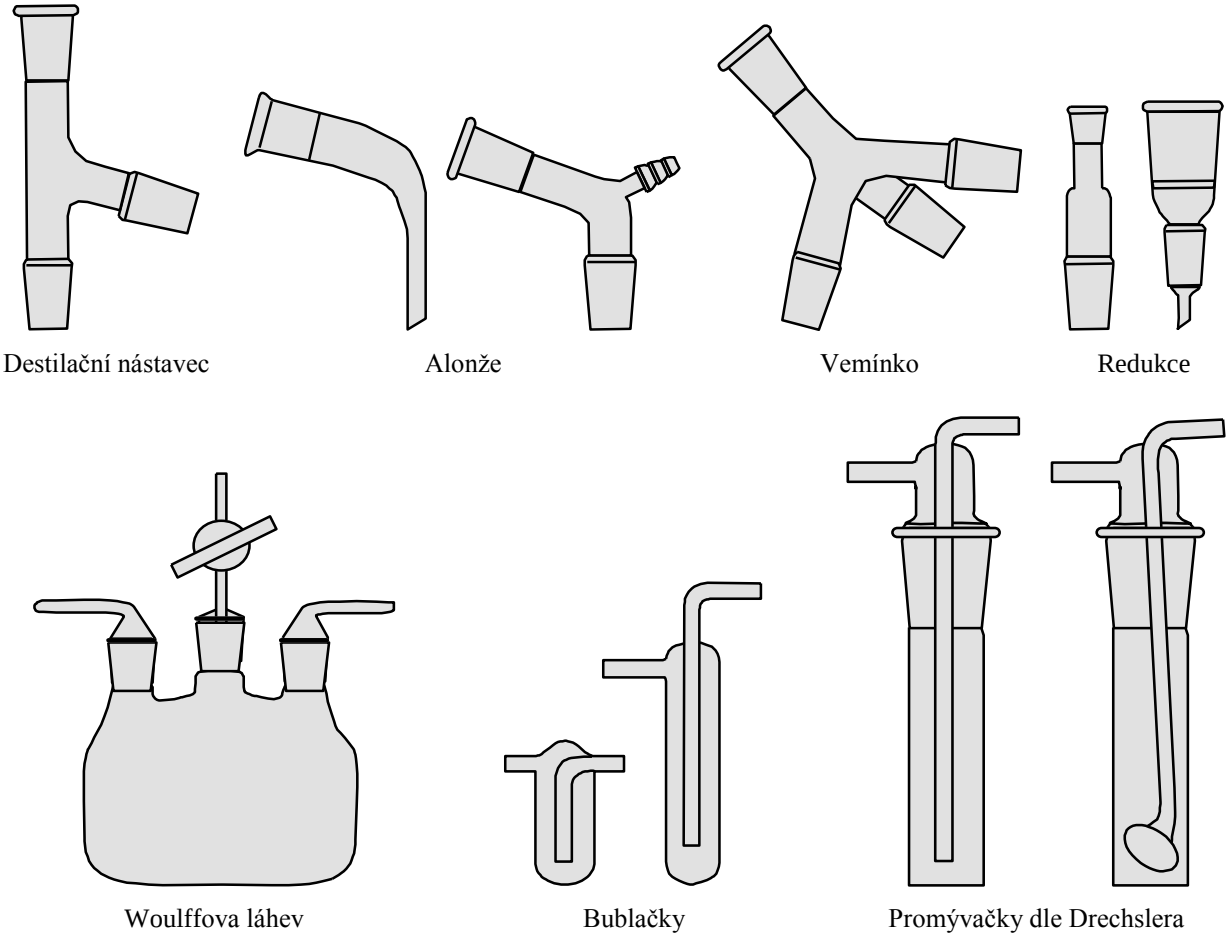
V případech, kdy se pracuje s vakuem, bývá nutné mezi zdroj vakua a vlastní aparaturu včlenit *pojistnou láhev* (**Obr. 8**). Její kohout slouží k rychlému zavzdušnění aparatury (např. při náhlém prudkém vykypění směsi při vakuové destilaci apod.), a zároveň má láhev ochrannou funkci pro používanou vývěvu – znesnadňuje (prodlužuje) cestu par destilátu do pumpy. Pokud se používá jako zdroj vakua vodní vývěva, pak pojistná láhev chrání především destilovanou látku před znečištěním vodou při případném poklesu tlaku vody v potrubí a nasátí vody z odpadu do aparatury.

3.1.11 Bublačky, promývačky a vymrazovací prsty

Při práci s plyny se ke sledování průtoku zaváděného nebo vyvíjeného plynu používají *bublačky* (**Obr. 8**). Jedná se o malé baničky se zaváděcí trubičkou, která zasahuje pod hladinu inertní netěkavé kapaliny. V této funkci se často používá směs vyšších uhlovodíků (parafinový olej), označovaná jako nujol. Běžně se používá též glycerin.

Pokud je nutné používaný plyn zbavit nežádoucích příměsí, nebo jej naopak definovaně nasytit parami rozpouštědla, používá se *promývačka* (**Obr. 8**). Ta pracuje na stejném principu jako bublačka, je však větší, rozebíratelná, a její zaváděcí trubička je na konci často opatřena fritou pro lepší rozptýlení promývaného plynu do dané kapaliny. Tou bývají různá chemická činidla, která vážou nežádoucí příměsi z proudícího plynu; např. alkalické roztoky pro odstranění CO_2, kyselé roztoky pro odstranění NH_3, koncentrovaná H_2SO_4 k vysušení, nebo roztoky s redukčními účinky sloužící k odstranění stop kyslíku z proudu inertního plynu (např. dusíku nebo argonu).

Podobně jako promývačka vypadá i *vymrazovací prst* (též tzv. *vymrazovák*, *vymrazovačka*). Ten slouží (po umístění do chladící lázně) ke kondenzaci par těkavých látek v evakuovaných aparaturách, proto má – na rozdíl od promývaček – kulaté dno. Nejčastěji se používá k ochraně oleje v pumpách před znečištěním těkavými rozpouštědly.

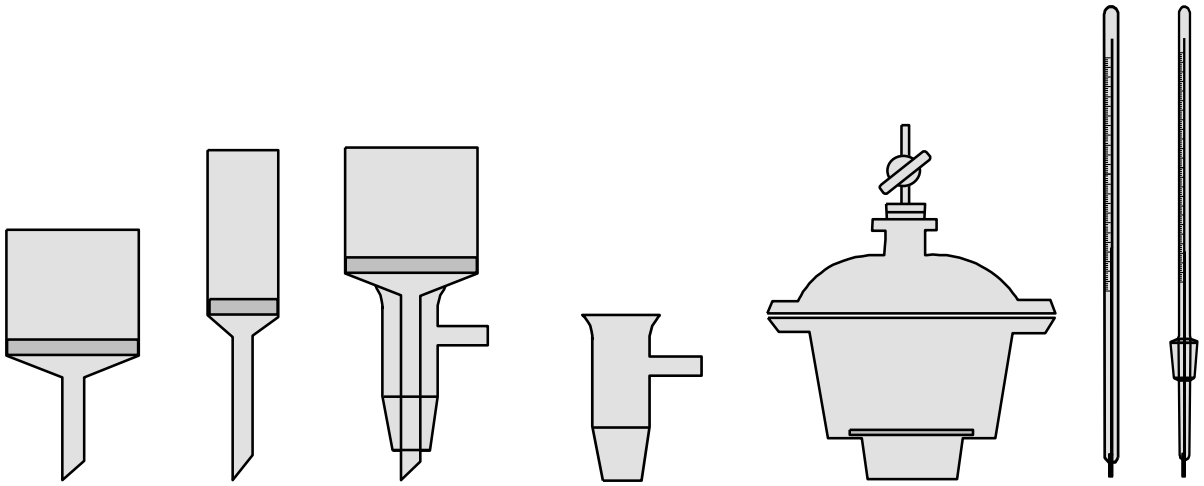


Obr. 8. Skleněné nádobí V.

3.1.12 Frity a filtrační nástavce

K izolaci pevných produktů nebo oddělení vedlejších (bočních) produktů slouží filtrace za sníženého tlaku na *fritě*. Fritou se nazývá tepelně slinuté jemně drcené sklo, mezi jehož částečkami může protékat kapalina, a pevná látka zůstane oddělena na fritě (**Obr. 9**). Podle

velikosti pórů mezi slinutými částicemi se frity označují stupnicí S1–S4. Frity S1 mají největší velikost pórů, a hodí se k odfiltrování pouze hrubozrnných materiálů. Oproti tomu frity o velikosti pórů S4 jsou velmi husté, a lze na nich tedy oddělit i velmi jemné sraženiny. Frity S4 jsou vhodné i k odsátí aktivního uhlí. Frity o hustotě S2 a S3 se obvykle hodí pro izolaci většiny preparátů. Frita může být vybavena zábrusovým jádrem a postranní trubicí (olivkou), a pak lze přímo filtrovat do baňky o stejné velikosti zábrusu. Výroba takovýchto frit je však pracná a nákladná. Proto se častěji používají obyčejné frity, které se spojí s filtrační předlohou (s kulatou destilační baňkou, nebo s jinou baňkou, kterou lze evakuovat) pomocí *filtračního nástavce* (**Obr. 9**). Tím je nahoře rozšířená trubice se zabroušeným spodním koncem s postranní olivkou. Mezi fritu a filtrační nástavec je nutné vložit gumové těsnění (viz **kapitola 4.12.2**).



Obr. 9. Skleněné nádobí VI.

3.1.13 Hodinová skla, Petriho misky

Hodinová skla se používají k přikrytí kádinek apod. Lze na nich volně odpařovat těkavá rozpouštědla z malých množství roztoků nebo dosušovat pevné látky. Podobný význam mají pro syntetického chemika i *Petriho misky*, které jsou původně určené pro mikrobiologickou práci – pěstování buněčných kultur na živných půdách. Dvojice Petriho misek o různém průměru se používají také tak, že miska s větším průměrem plní funkci víčka misky o menším průměru, a slouží jako nádobka na skladování a např. volné vyschnutí pevných látek. Žádné z těchto nádob nejsou určeny k přímému zahřívání, mohou velmi snadno prasknout.

3.1.14 Exsikátory

Exsikátor je tlustostěnná skleněná nádoba se zabroušeným víkem, která slouží k sušení preparátů (**Obr. 9**). Na dno exsikátoru se nasype nebo nalije vhodné sušidlo. Tím bývají velmi hygroskopické látky, jako např. P_4O_{10}, vyžíhaný silikagel, pevný NaOH nebo KOH, koncentrovaná H_2SO_4 apod. Na horní děrovanou porcelánovou plošinku se poté umístí nádobka s preparátem (např. kádinka nebo Petriho miska) a exsikátor se uzavře. Hygroskopické sušidlo pak sníží tenzi vodní páry uvnitř exsikátoru a urychlí vysušení produktu. Víko exsikátorů bývá často opatřeno kohoutem, což umožňuje evakuaci exsikátoru a sušení látek ve vakuu. *Plochý zábrusový spoj je třeba pravidelně mazat vhodným tukem.* Vzhledem k tomu se nesmí po otevření exsikátoru pokládat víko ve zdánlivě stabilní poloze namazanou plochou na pracovní stůl, nýbrž do polohy opírající se o hranu víka a kohout. Při práci je nejlépe víko po (nezbytně dlouhou, tedy co nejkratší) dobu otevření držet v ruce.

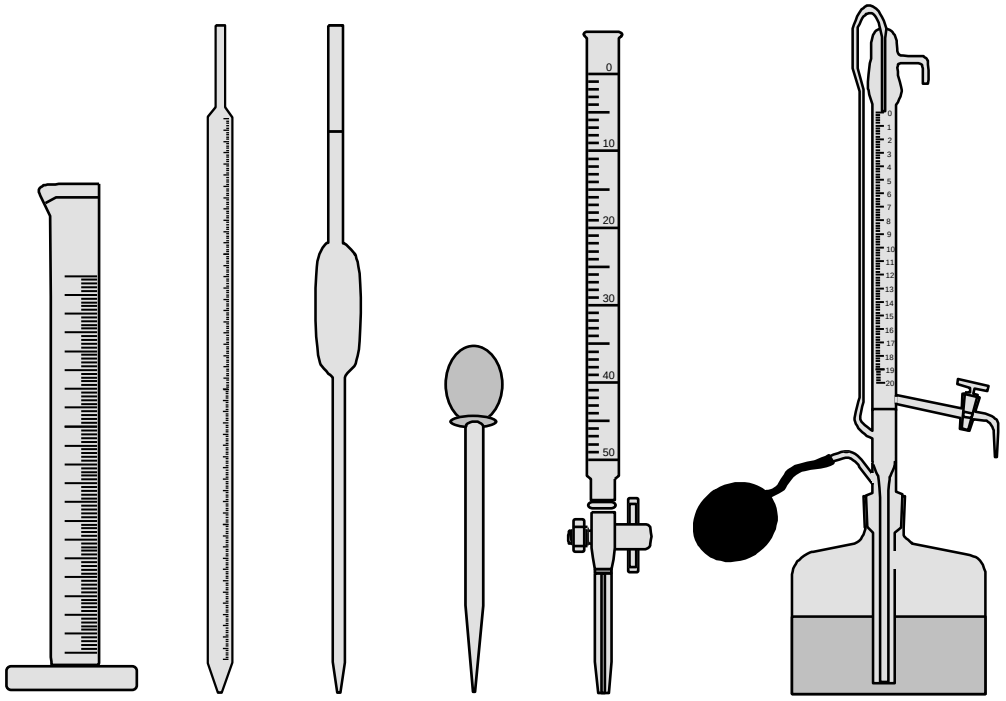
I když kohout ve víku exsikátoru působí dojmem madla, v žádném případě za něj celý exsikátor nezvedáme – hrozí upadnutí spodní části.

3.1.15 Teploměry

K měření teploty lázní, reakčních směsí nebo par destilované látky se používají *teploměry* (**Obr. 9**). Vedle moderních elektronických čidel jsou stále daleko běžnější klasické teploměry, založené na tepelné roztažnosti kapaliny uzavřené v baničce s kapilárou. Používanými kapalinami jsou hlavně rtuť, méně často gallium nebo některé organické kapaliny. Teploměry mohou být opatřeny zábrusovým jádrem; pak je lze použít i v uzavřených chemických aparaturách. Jsou velmi křehké, a tudíž je třeba pracovat s nimi opatrně. Zvláštním nebezpečím při rozbití teploměru je možný únik kovové rtuti, jejíž páry jsou velmi toxické. Proto je třeba při případném rozbití teploměru nehodu ohlásit pedagogickému dozoru a rozsypanou rtuť neprodleně eliminovat (viz **kapitola 2.1**).

3.1.16 Odměrné válce

Odměrné válce (**Obr. 10**) slouží k relativně přesnému měření objemů kapalin. Jedná se o válce, které jsou po vnější straně opatřeny ryskami označujícími objem. Jsou určeny pouze k měření objemu, nikoliv k rozpouštění látek, k zahřívání nebo k provádění reakcí. Odměřovanou kapalinu v nich ani neředíme.



Obr. 10. Skleněné nádobí VII.

3.1.17 Pipety, Pasteurovy pipety

Pipety jsou skleněné trubice, které jsou dole zúžené do špičky (**Obr. 10**). Používají se pro odměřování objemů kapalin. Pro velmi přesné odměřování daného objemu se (zvláště při odměrné analýze) používají *pipety nedělené*. Jedná se o skleněnou trubičku, která je ve střední části rozšířena do balónku, aby pojala větší objem. V horní části trubice je ryskou vyznačeno, kam až má dosahovat hladina pipetovaného roztoku při napipetování objemu, ke kterému je

daná pipeta určena. Oproti tomu *pipety dělené* nebývají rozšířené, a vnitřní objem je rozepsán na stupnici po celé jejich délce. Pipety jsou *kalibrované na vylití* – odměřená kapalina má deklarovaný objem po volném vypuštění z pipety, bez vyfukování kapky zbylé ve špičce.
Pasteurovy pipety (**Obr. 10**) jsou skleněné trubičky, na konci zúžené, na jejichž horní konec se nasazuje gumový balónek (dudlík). Slouží (podobně jako plastová kapátka, viz **kapitola 3.4**) k přidávání malých objemů roztoků, eventuálně k nabrání a přenosu malého množství kapaliny.

3.1.18 Byrety

V odměrné analýze, kdy je nutné přesně odměřit spotřebu titračního činidla, se k tomuto účelu používají *byrety* (**Obr. 10**). Jedná se o přesně kalibrované trubice, které jsou ve spodní zúžené části opatřeny výpustným kohoutem. Jsou různých typů; do nejjednodušších se po každé provedené titraci musí doplňovat titrační činidlo doléváním shora, ale byly vyvinuty i typy s polo-automatickým plněním, kdy se titrační činidlo přečerpává pomocí přetlakového balónku ze zásobní láhve, na kterou je byreta nasazena. Samozřejmě existují i plně automatizované typy, které se ovládají pomocí PC.

3.1.19 Zátky

Skleněné *zátky* jsou přesně zabroušené na daný normalizovaný rozměr zábrusu a slouží k uzavírání aparatur (baněk apod.). I tady platí varování před zapékáním zábrusových spojů, zvláště u preparátů uschovávaných v baňce po delší dobu. Při uzavírání aparatur zátkou se tedy používá vhodné mazadlo, jako je např. vazelína, Ramsayův tuk nebo silikonový tuk. Použití mazadla je nutností zvláště při plánované evakuaci aparatury.

3.1.20 Sušící trubičky

Pokud je třeba zabránit přístupu vzdušné vlhkosti, případně i oxidu uhličitého, k reakční směsi, používají se *sušící trubičky*. Jedná se o rovné nebo zahnuté trubičky, na jedné straně rozšířené, často opatřené zábrusovým jádrem pro připojení k aparatuře (např. nasazením na chladič). Do trubičky se vloží smotek vaty, nasype vhodné sušidlo (bezvodý granulovaný $CaCl_2$, pecičky NaOH nebo KOH apod.), a zajistí se dalším smotkem vaty proti vysypání. Použité sušidlo nesmí být jemně drcené, protože by mohlo sušící trubici ucpat. Proto ani vatu, kterou sušidlo zajišťujeme proti vysypání, nepěchujeme, ale pouze volně vložíme.

3.1.21 Lodičky a váženky

K odvažování pevných látek na vahách slouží tzv. *lodičky*. Jsou to malá korýtka s plochým dnem, z jedné strany otevřená, nejčastěji vyrobená ze skla nebo porcelánu. Lodička se položí na čtverec papíru umístěný na misce vah a postupně se na ni přidává navažovaná látka (papír zamezuje případnému rozsypání odvažované látky na misku vah). Lodičky mají oproti běžnějšímu navažování na papíře zásadní výhodu, že z nich lze naváženou látku spláchnout, např. proudem vody ze střičky. Proto slouží hlavně v analytické chemii k přesnému odvažování vzorků nebo standardů, a k jejich kvantitativnímu převedení (spláchnutí) do např. titračních nebo odměrných baněk.
Váženky jsou malé skleněné nádobky válcovitého tvaru se zabroušeným víčkem. Umožňují navažování látek těkavých (které by během odvažování „ubývaly“), citlivých na vzduch nebo hygroskopických (ty by při práci na vzduchu naopak „těžkly“ pohlcovanou vzdušnou vlhkostí; za běžné teploty obsahuje vzduch cca 2–3 % vodní páry).

3.2 Laboratorní porcelán

Porcelán je chemicky poněkud více odolný než sklo. Má též vyšší tepelnou odolnost, lze v něm zahřívat reakční směsi i k teplotám přesahujícím 1000 °C. Je však podobně křehký jako sklo. Stejně jako sklo nesnáší prudké změny teplot.

3.2.1 Büchnerovy a Hirschovy nálevky

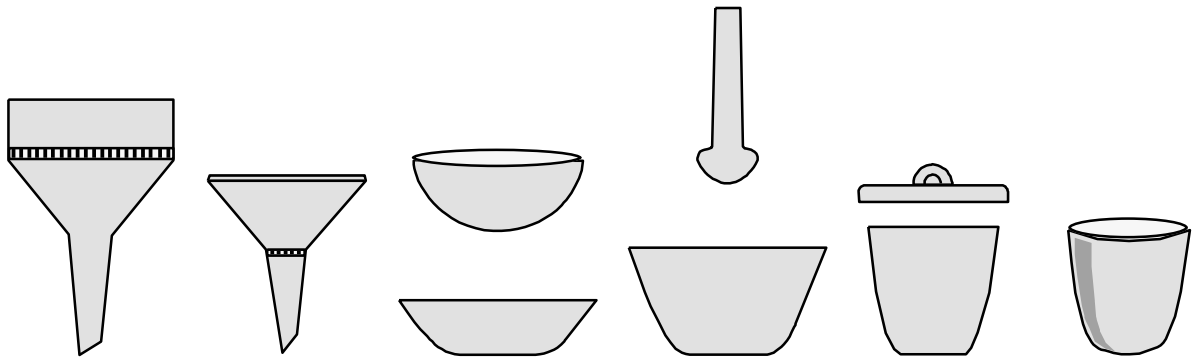
Büchnerova nálevka (**Obr. 11**) je porcelánovou analogií frity, a používá se tedy k odsávání za sníženého tlaku. Typicky se Büchnerova nálevka používá spolu s odsávací baňkou, a mezera mezi nimi se utěsňuje porézní gumou. Místo slinutého skla, které odděluje pevnou fázi od matečného louhu na fritě, je v Büchnerově nálevce použita děrovaná porcelánová destička. Otvory v ní jsou však příliš velké, a nemohou tedy přímo sloužit k filtraci. Proto se do Büchnerovy nálevky *vždy vkládá kruh filtračního papíru*. Ten musí mít přesný rozměr, aby dobře přilnul k ploše nálevky a překryl všechny otvory, ale neohýbal se u stěn nálevky (viz **kapitola 4.12.2**). Podobně se používá i *Hirschova nálevka*; ta se od Büchnerovy nálevky mírně liší tvarem – je kónická (**Obr. 11**). To umožňuje pohodlnou izolaci i malého množství pevné fáze suspendované v relativně velkém objemu kapaliny.

3.2.2 Odpařovací misky

Tenkostěnné porcelánové *misky* (**Obr. 11**) s kulatým nebo i s plochým dnem slouží k zahušťování roztoků ke krystalizaci. Výhodou je velký povrch roztoku nalitého do odpařovací misky, který umožňuje rychlejší odpaření tekutiny než např. z kádinky. Odpařovací misky lze zespodu zahřívat (typicky na vodní lázni nebo mírným plamenem).

3.2.3 Třecí misky s tloučkem

Třecí misky jsou velmi robustní nádoby, které slouží k drcení a roztírání hrubšího materiálu pomocí *tloučku – paličky* (**Obr. 11**). Materiál se v nich roztírá třením krouživými pohyby tloučku, v žádném případě ne údery. Třecí misky se nesmějí zahřívat, v silnostěnném porcelánu může velmi snadno dojít k pnutí způsobenému různou tepelnou roztažností v různých částech misky a k následnému rozpraskání misky. Třecí misky s tloučkem mají třecí plochy z nepolévaného porcelánu, aby se drcený materiál dobře přichycoval k jejich povrchu a šlo jej pohodlně rozetřít. Oproti tomu pro roztírání mazlavých směsí (např. farmaceutické přípravky) lze využít *třenku* s *těrkou*. Jedná se o analogy třecí misky s tloučkem, ovšem s hladkým (polévaným) povrchem. Třecí misky bývají vyráběny i z jiných materiálů, např. z chalcedonu (achátu), nerezu apod.



Obr. 11. Porcelánové nádobí.

3.2.4 Žíhací kelímky

Kelímky (**Obr. 11**) slouží k provádění reakcí za velmi vysoké teploty, a to jak v přímém plamenu, tak i v laboratorní peci. Po předchozím opatrném zahřátí snesou velmi vysoké teploty. Slouží též k analytickým účelům (při gravimetrii). Během práce může být kelímek se žíhaným materiálem přiklopen *víčkem*, které omezuje přístup studeného vzduchu k žíhanému materiálu a zlepšuje tak prohřátí směsi v kelímku.

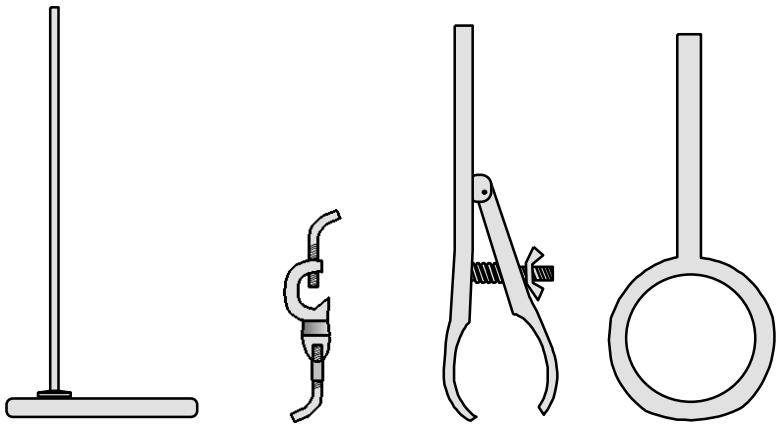
3.3 Kovové předměty

3.3.1 Stojany

Stojan (**Obr. 12**) slouží k upevnění chemických aparatur. Jeho základem je kovová deska (značně těžká, aby byl základ aparatury dostatečně stabilní), do níž je zašroubována ocelová tyč. Na tyč stojanu se pomocí křížových svorek upevňují nejrůznější držáky nebo kruhy.

3.3.2 Křížové svorky, držáky (klemy) a kruhy

Tělo *křížových svorek* (**Obr. 12**) je opatřeno dvěma kolmými výřezy, do nichž lze přitahováním závitu šroubu pevně uchytit tyč stojanu nebo násadu *klem* (*držáků*, **Obr. 12**). Občas bývají násady klem opatřeny svorkou, sloužící k jejich přímému připevnění k tyči stojanu. Klemy upevněné ke stojanu slouží k vlastnímu uchycování součástí aparatur. Skleněné předměty však nesmějí být sevřeny přímo kovem klemy, aby nedošlo k jejich prasknutí. Proto jsou čelisti klem vyvložkovány korkem. Pokud u starších klem vlepená korková vložka chybí, je nutné mezi uchycované sklo a čelisti vložit např. rozstřihnutý kousek pryžové hadice. *Kruhy* (též *filtrační kruhy*, **Obr. 12**) slouží jako podpora pro síťku nebo triangl při zahřívání nad plamenem kahanu, nebo pro uchycení dělících nálevek při separaci kapalných fází, případně pro uchycení nálevek při filtracích.

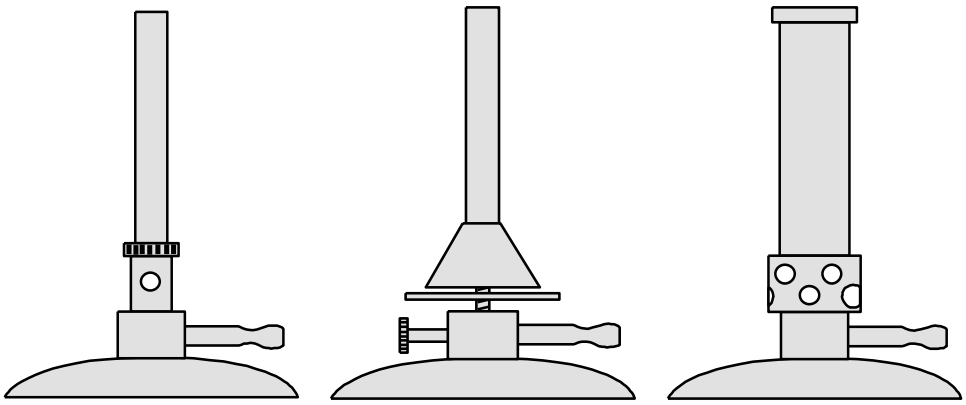


Obr. 12. Kovové předměty I.

3.3.3 Kahany

Jednotlivé druhy kahanů (**Obr. 13**) se liší zejména způsobem, jakým se v kahanu k hořlavému plynu přimíchává vzduch. Po řízeném smíchání se vzduchem totiž hoří plyn nesvítivým plamenem, který dosahuje mnohem vyšší teploty než plamen svítivý (čadivý). Nejstarším typem kahanů je *kahan Bunsenův*, novějšími typy jsou např. *kahan Tecluho* (ten je ale v praxi velmi vzácný) a *kahan Mékerův*. U Bunsenova i Mékerova kahanu je přívod vzduchu řízen otočením děrovaného prstence na spodní části kahanu. Prstenec pak zakrývá/odkrývá díry v tubusu kahanu. V Tecluho kahanu je přístup vzduchu regulován plochým kotoučem, který se posouvá nahoru/dolů, čímž mění velikost štěrbiny pro přisávání vzduchu.

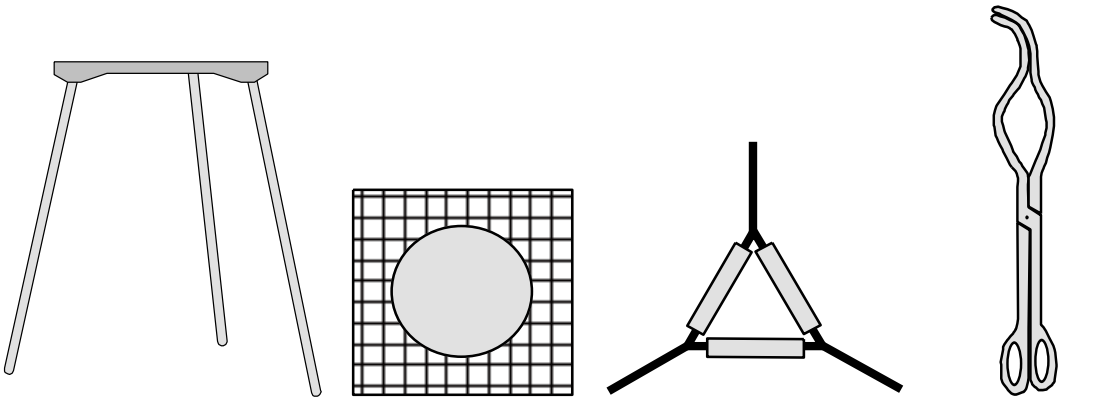
Nesvítivý plamen získáte otevřením otvorů pro přívod vzduchu, svítivý plamen vytvoříte naopak uzavřením těchto otvorů. V plamenu svítí rozžhavené mikroskopické částečky sazí vzniklé nedokonalým spalováním, proto je svítivý plamen na rozdíl od nesvítivého čadivý.
Kahan vždy zapalujte při zavřeném přívodu vzduchu do hořáku, vyvarujete se tak nebezpečí zapálení plamene uvnitř kahanu (doprovázeného často hlasitým zvukovým efektem, tzv. „štěknutím“). Pokud k tomuto jevu dojde, plamen nelze regulovat a těleso kahanu se rozehřeje na vysokou teplotu a může být zdrojem popálení i požáru. Takový kahan je nutné ihned zhasnout, nechat vychladnout a pak znovu a správně – s uzavřeným přívodem vzduchu – zapálit.



Bunsenův kahan | Tecluho kahan | Mékerův kahan

Obr. 13. Kovové předměty II – kahany.

Při zahřívání pomocí plamene (např. při tavení skla) je třeba mít na paměti, že ne všechny oblasti plamene mají stejnou teplotu. Zatímco teplota modrého mečíku uvnitř nesvítivého plamene se pohybuje od cca 300 °C (vespod) do 550 °C (ve špičce), teplota v okolním plamenu (už i těsně nad centrálním mečíkem) bývá kolem 1550 °C. Při práci se sklem proto držte roztavovanou část těsně nad centrálním mečíkem, kde je teplota nejvyšší.



Trojnožka | Síťka | Triangl | Chemické kleště

Obr. 14. Kovové předměty III.

3.3.4 Trojnožky, síťky a triangly

Trojnožka (**Obr. 14**) je tvořena kovovým okružím se třemi přivařenými nožkami. Je určena pro zahřívání nad kahanem (spolu se síťkou nebo s trianglem), avšak neumožňuje nastavení výšky zahřívaného předmětu nad plamenem kahanu. *Drátěné síťky* (**Obr. 14**), většinou opatřené terčem z keramických vláken, se pokládají na kruhy nebo trojnožky. Dříve byly

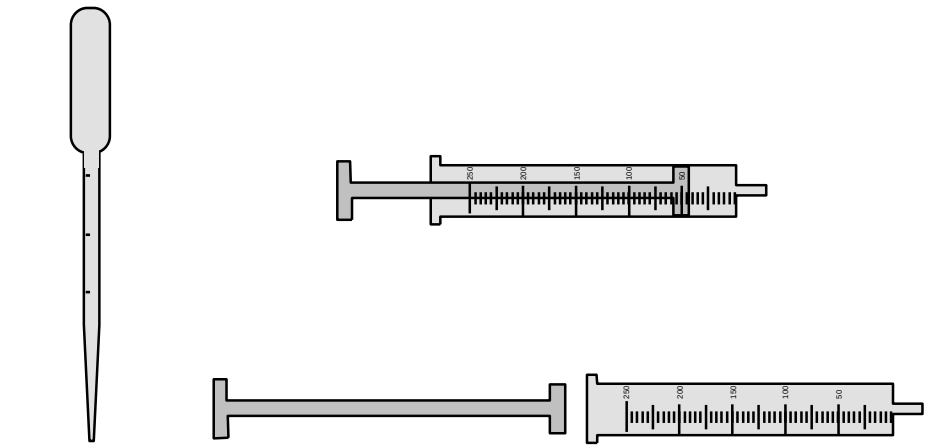
běžně používány síťky s azbestovým terčem, avšak vzhledem ke kancerogenitě azbestu se již v praxi nepoužívají, nicméně označení „azbestová síťka“ v laboratorním slangu přetrvává. Použití síťky je nezbytné při zahřívání látek ve skleněném nádobí (kádinky, Erlenmeyerovy nebo varné baňky apod.) nad plamenem. *Triangl* (**Obr. 14**) je vyroben ze tří ocelových drátů provlečených keramickými trubičkami. Triangl se stejně jako síťka pokládá na kruh nebo trojnožku a do trojúhelníku vytvořeného z keramických trubiček se vkládá kelímek určený k žíhání.

3.3.5 Chemické kleště, pinzety a kopistky

Chemické kleště (**Obr. 14**) slouží k uchopení horkých předmětů (např. při vyndávání rozpálených kelímků z plamene nebo z pece). *Pinzety* bývají většinou vyrobeny z nerezové oceli, případně mají pochromovaný povrch. Používají se k manipulaci s drobnými předměty, kterým škodí dotyky prstů (např. malá závaží), nebo tam, kde by mohlo dojít k úrazu (vyndávání míchadel a varných kamínků z odfiltrovaných preparátů, při zatavování ampulí apod.). *Kopistky* (*špachtličky*) jsou obvykle též z nerezové oceli a používají se k manipulaci s malými množstvími pevných látek (např. při přesypávání, odvažování apod.).

3.4 Předměty z plastů, korku a pryže

Nejčastějšími plastovými předměty v chemické laboratoři jsou *zátky, střičky, kapátka, lžičky* a *injekční stříkačky* (**Obr. 15**). Plast je chemicky velmi odolný materiál, nesnáší však zahřívání na teploty blízké 100 °C – plastové předměty se proto nesmějí sušit v sušárnách.
Plastové zátky mívají normalizované rozměry, a proto dobře těsní v zábrusových hrdlech. Oproti skleněným zátkám se prakticky nezapékají a není nutné spoje mazat, avšak dlouhodobě netěsní, a proto nemohou sloužit k uzavírání těkavých směsí nebo látek náchylných k oxidaci vzdušným kyslíkem.



Plastové kapátko Injekční stříkačky

Obr. 15. Plastové předměty.

Střičky jsou plastové láhve mající ve víčku trubičku ukončenou tryskou. Ta je spojena s trubicí sahající ke dnu láhve. Při stisknutí láhve tak dojde k vytlačení/vystříknutí kapaliny, kterou bývá destilovaná voda nebo některá organická rozpouštědla (nejčastěji ethanol nebo aceton, ale i další). Střičky se tak používají k mytí laboratorního skla nebo k rychlému doplňování rozpouštědel do reakčních nádob a ředění roztoků.
Plastová kapátka jsou analogií Pasteurových pipet. Na rozdíl od nich se hůře vymývají, a nelze je používat pro práci s příliš horkými roztoky. Navíc mohou měknout účinkem některých organických rozpouštědel, která z nich extrahují plnidla. Jsou tedy vhodná zvláště

pro práci s vodnými roztoky; bez problémů odolávají koncentrovaným kyselinám i zásadám.
Lžičky se používají při manipulaci s pevnými látkami. Nejsou příliš mechanicky odolné, proto se nehodí k nabírání chemikálií, které jsou v zásobní láhvi zapečené do velkých kusů – v takovém případě je potřeba velké spečené hroudy rozbít vhodným kovovým předmětem (kopistkou).
Injekční stříkačky slouží k relativně přesnému odměřování malých objemů rozpouštědel a roztoků. Ve spojení s jehlami a septy jsou základem technik umožňujících práci v mikroměřítku (viz **kapitola 4.22**), případně práci s chemikáliemi citlivými na vzduch. Prací s injekčními stříkačkami se zároveň omezuje odpar nepříjemných (páchnoucích) látek do ovzduší laboratoře, pokud už s takovými látkami musíte pracovat mimo digestoř.
Korek je materiál získávaný z kůry (resp. borky) korkového dubu. Je lehký, pružný, celkem odolný proti zvýšené teplotě (avšak hořlavý) a dobře se obrábí. Jako většina biogenního materiálu však neodolává působení silných kyselin a zásad (kyseliny dusičné, kyseliny sírové, alkalických hydroxidů) a halogenům, ale je odolný vůči organickým rozpouštědlům. Kromě dříve zmíněných výstelek klem se používá hlavně k výrobě stojánků (podložek) pod kulaté baňky. Jeho dřívější využití jako materiálu vhodného pro zátky (které šly dále bez problémů obrábět, např. provrtávat) však bylo nástupem zábrusového skla překonáno.
Pryž na rozdíl od korku vzdoruje zásadám, avšak neodolává silným kyselinám a halogenům. Navíc se částečně rozpouští a bobtná účinkem organických rozpouštědel. Z pryže se vyrábějí hlavně *hadice*, stárnutím však ztrácí pružnost, proto je nutné je čas od času zkontrolovat, zda již nejsou příliš křehké, a případně vyměnit. Tenkostěnné pryžové hadice se používají k vedení vody a zemního plynu, tlustostěnné vakuové hadice jsou určeny k pracím za sníženého tlaku (vakua), např. pro spojení aparatury s vývěvou. Pryžové zátky oproti korkovým mají tu výhodu, že dobře těsní.
Ze speciálních chemicky odolných pryží (např. ze silikonového kaučuku) se vyrábějí *septa*. Ta slouží k uzavírání aparatur proti přístupu vzdušného kyslíku. Lze je propichovat (i opakovaně) jehlami, a proto lze do uzavřených směsí (např. pod inertní atmosférou) pomocí injekční stříkačky přidávat další reaktanty či rozpouštědla.

3.5 Laboratorní přístroje

3.5.1 Míchačky, plotýnky, topné míchačky a topná hnízda

K míchání reakčních směsí se dnes nejčastěji používají *magnetická míchadla*. Magnetické míchadlo je železná tyčinka (nebo permanentní magnet) zatavená do skleněné trubičky nebo uzavřená do teflonového pouzdra. Uvádí se do pohybu rotujícím magnetem *míchačky*.
K zahřívání směsí se používají nejčastěji *topné plotýnky*. Jsou to v podstatě elektrické vařiče využívající odporového ohřevu. Elegantní technikou je však míchání magnetickým míchadlem za současného ohřevu. *Magnetické míchačky* proto bývají řešeny tak, že rotující magnet je umístěn pod kovovou plotýnkou s elektrickým vyhříváním, a frekvenci otáčení magnetu lze měnit nezávisle na vyhřívání plotýnky.
K zahřívání kulatých baněk lze použít i *topná hnízda*. Ta se mohou používat jen pro baňky odpovídající velikosti; dostupná jsou hnízda určená k zahřívání baněk o velikostech od 50 ml do 6 l. Topná hnízda jsou velmi vhodná pro zahřívání větších objemů rozpouštědel (viz **kapitola 4.14.2**).

3.5.2 Váhy

Ke zjišťování hmotnosti látek se používají zařízení nazývané jako *váhy*, dnes nejčastěji váhy digitální. Oproti starším mechanickým typům mají výhodu velmi rychlé práce, a umožňují tzv. *tárování* (tj. vynulování hmotnosti na vahách položeného předmětu, zejména lodičky, misky, kádinky či jiné nádoby, do níž vážíte), což také velmi urychluje práci. Navážky

jednotlivých reaktantů nebo produktů stačí znát obvykle s přesností ±0,005 g. S takovouto přesností pracují *předvážky* („normální“ laboratorní váhy). Pro přesnější vážení se používají *váhy analytické*. Ty pracují s přesností ve škále gramů na čtyři až pět desetinných míst. Aby se omezila výchylka vah způsobená prouděním vzduchu v místnosti, jsou analytické váhy opatřeny prosklenou skříňkou, ve které je uzavřena miska vah. Pro přesnou práci musí být váhy umístěny na velmi pevném (nehybném) podkladě, což se realizuje např. zatížením stolu kamennou deskou, umístěním vah na zvláštní panel zacementovaný do nosné zdi apod. Zásady, které je nutné dodržet při vážení, jsou uvedeny v **kapitole 4.2**.

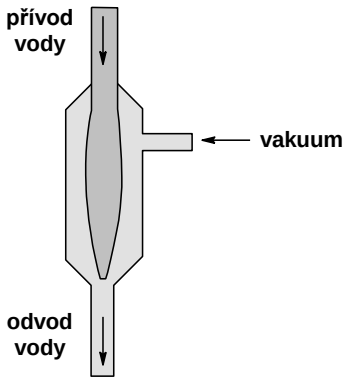
3.5.3 Zdroje stejnosměrného napětí

Pro elektrochemické preparace, eventuálně při pokovování, se používají nejrůznější *zdroje stejnosměrného napětí*. Jedná se o různé typy transformátorů, na kterých lze pomocí potenciometru plynule nastavovat buď napětí vložené na svorky přístroje, nebo proud protékající uzavřeným obvodem. Často je elektrický zdroj vybaven displejem, na kterém je zobrazována aktuální hodnota dané veličiny (napětí, proudu); u starších typů bývá tento ukazatel mechanický (ručička s kalibrovanou stupnicí). Velmi často má zdroj pouze jeden potenciometr a jeden displej. Podle polohy speciálního přepínače se pak na displeji zobrazuje buď napětí, nebo proud, které se pohybem jezdce potenciometru nastavují na požadovanou hodnotu.

Pokud je zdroj zapnutý (a aparaturou tudíž protéká proud), *nesmíte se v žádném případě dotýkat kontaktů a svorek připojených vodičů.* Při práci s elektrickým obvodem musíte mít suché ruce.

3.5.4 Zdroje vakua

Vakuum (podtlak) se získává použitím *olejové* nebo *membránové pumpy* a nebo *vodní vývěvy* (**Obr. 16**). Zatímco membránové pumpy jsou založeny na mechanickém kmitání membrán, a procházející výpary jejich funkci příliš neomezují, v pumpách olejových cirkuluje vysokovroucí olej, který je třeba chránit před znečištěním. To se nejlépe učiní předřazením vymrazovacího prstu (viz **kapitola 3.1.11**).



Obr. 16. Schéma vodní vývěvy.

Princip vodní vývěvy je založen na *hydrodynamickém paradoxu* – tj. skutečnosti, že tlak v proudící kapalině je *nepřímo* úměrný rychlosti proudění kapaliny. V užší části trubice, kde kapalina proudí rychleji, je tedy nižší tlak (vyplývá jednoduchou úpravou z *Bernoulliho rovnice*). V současné době se však od používání vodních vývěv upustilo, protože mají enormně velkou spotřebu vody. Navíc strháváním par toxických těkavých látek (organických rozpouštědel) dochází ke kontaminaci odpadních vod. Pokud však budete vodní vývěvu používat, je dobré roztočit přívod vody na plný chod; omezíte tak možnost zpětného nasátí

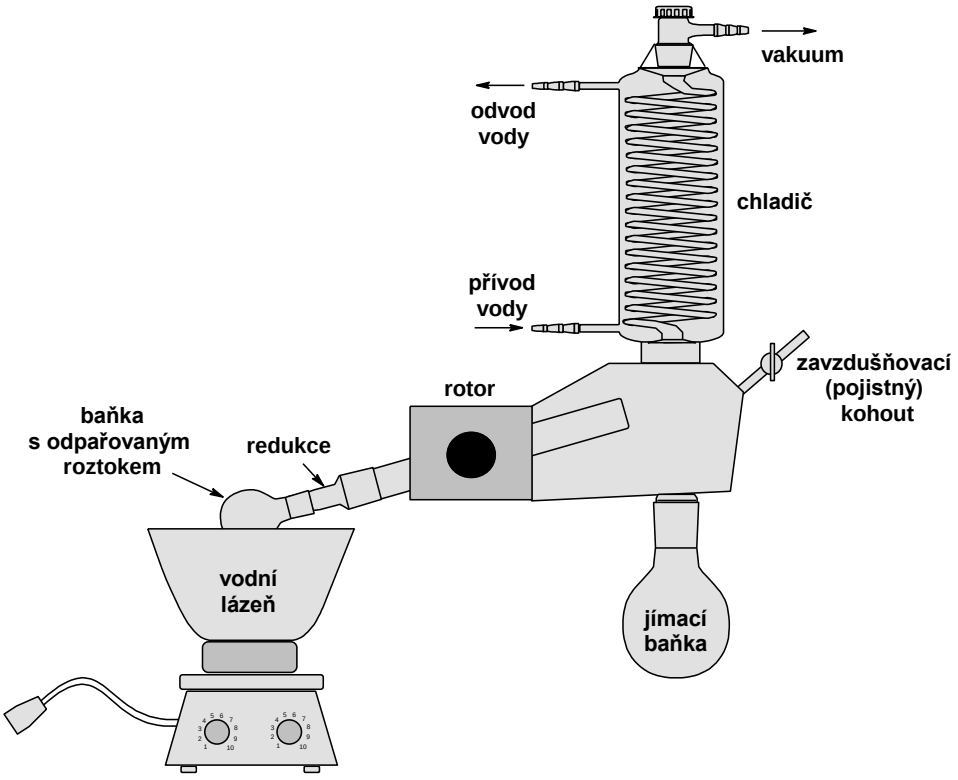
vody z výlevky do aparatury/odparky při náhlém poklesu průtoku vody v potrubí – v takovém případě je totiž v evakuované aparatuře nižší tlak než ve vývěvě. Teoretickým limitem dosaženého vakua je rovnovážný tlak (tenze) vodní páry, který při běžné teplotě činí přibližně 2–3 kPa (15–23 Torr).
Vodní i olejové vývěvy zásadně vypínejte až po jejich odpojení od aparatury (tj. po jejich zavzdušnění). Tím se zamezí zpětnému nasátí vody nebo oleje do aparatury. Také membránové pumpy vypínejte až po jejich zavzdušnění – pokud je vypnete pod vakuem, zůstane v nich případný kondenzát či agresivní plyny a může dojít k jejich poškození.
Zdroj vakua nikdy nepřipojujte přímo k aparatuře, ale vždy mezi něj a aparaturu umístěte pojistnou láhev (viz **kapitola 3.1.10**), vymrazovací prst, promývačku (viz **kapitola 3.1.11**) nebo alespoň trubici s kohoutem umožňující rychlé zavzdušnění aparatury a odpojení pumpy.

3.5.5 pH-metr

Jako *pH-metr* se označuje citlivý voltmetr, který měří změnu *potenciálu* (*napětí*) mezi elektrodami. V případě měření pH se nejčastěji používá *kombinovaná skleněná elektroda*. S elektrodou se musí manipulovat obzvláště opatrně, neboť v její spodní části je tenkostěnná skleněná baničkа, která není mechanicky příliš odolná.
Podrobný postup měření pH pomocí pH-metru naleznete v **kapitole 4.6**. Detailní návod pro použití pH-metru naleznete na pracovním místě.

3.5.6 Rotační vakuová odparka

K odpaření rozpouštědel z reakční směsi nebo z chromatografických frakcí se používá *rotační vakuová odparka* (**Obr. 17**). Uvnitř rotující baňky se na jejích stěnách neustále obnovuje film roztoku, který se aplikací vakua odpařuje. Proto dochází k rychlému zahuštění roztoku pod teplotou varu odpařovaného rozpouštědla (tj. bez bublání a prskání směsi). Jako zdroje vakua se v kombinaci s vakuovou odparkou používají takřka výhradně membránové pumpy.



Obr. 17. Rotační vakuová odparka.

3.5.7 Bodotávek

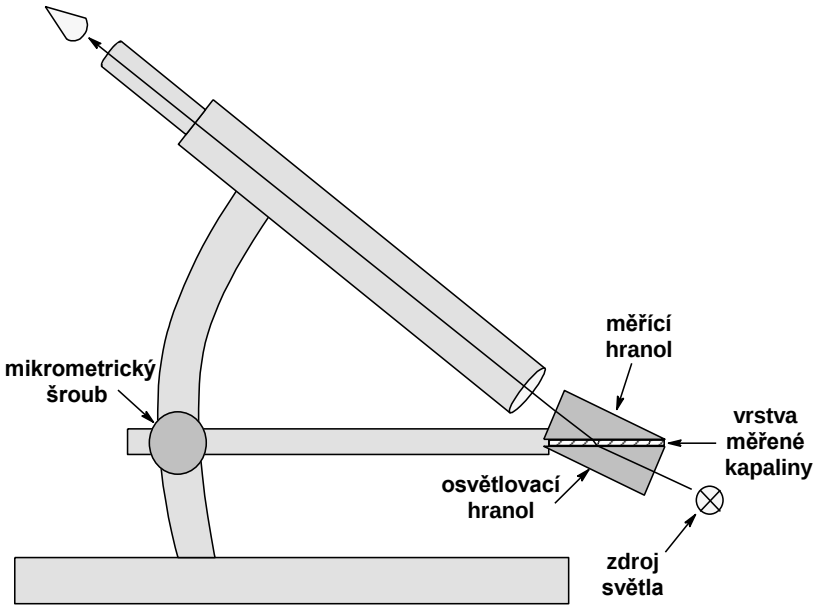
Velmi důležitou charakteristikou pevných látek (a jejich čistoty) je teplota tání. Přístroje pro stanovení teploty tání se nazývají *bodotávky*. Dříve byly pro látky s nižší teplotou tání (pod 120 °C) používány jednoduché skleněné bodotávky, nádobky naplněné kapalinou o vhodné tepelné kapacitě (např. olejem). U látek s vyšší teplotou tání se používaly kovové bodotávky, tj. bloky z kovu dobře vedoucího teplo. V současné době se používají elektrické plně automatizované bodotávky, které budete používat i v tomto praktiku.

Při typické práci s bodotávkem se malý vzorek látky napěchovaný v tenkostěnné skleněné kapiláře umístí do vyhřívané lázně bodotávku. Na displeji bodotávku se zobrazuje aktuální hodnota teploty lázně, a současně lupou pozorujete kapiláru s látkou až do jejího roztátí. Detailní návod pro použití bodotávku naleznete na pracovním místě.

Alternativou k bodotávkům je mikrovýhřevný stolek (Koflerův blok). Jedná se o elektricky vyhřívaný stolek umístěný pod mikroskopem. Elektrický příkon pro vyhřívání stolku je ovládán reostatem, a současně se teplota stolku měří rtuťovým teploměrem, jehož stupnice je snímána do poloviny zorného pole okuláru. Ve druhé polovině zorného pole jsou částečky sledované látky. Spotřeba studovaného materiálu je vzhledem k mikroskopickému provedení minimální.

3.5.8 Refraktometr

Refraktometr je přístroj určený ke zjišťování indexu lomu. Nejčastěji se v praxi používá dvojhranolový refraktometr *Abbeova typu* (**Obr. 18**).



Obr. 18. Schéma refraktometru.

Tento typ refraktometru je určen k měření indexu lomu kapalin. Jeho jádrem jsou dva hranoly (hranol osvětlovací a hranol měřící), vyrobené z islandského vápence. Po nanesení měřené kapaliny mezi stěny hranolů se po jejich přiklopení rozestře kapalina v tenké vrstvě přes celou styčnou plochu hranolů. Při měření v procházejícím světle vstupuje světlo stěnou do osvětlovacího hranolu a po rozptýlení na jeho zdrsněné ploše vstupuje všemi směry do měřené kapaliny, přičemž dochází k jeho lomu. V zorném poli okuláru (jehož poloha vzhledem k hranolům je ovládána mikrometrickým šroubem) pak při vhodném pootočení lze pozorovat rozhraní světla a tmy dané mezními paprsky vystupujícími z měřícího hranolu. Stupnice přístroje je ocejchována přímo v hodnotách indexu lomu. Měření probíhá typicky při

vlnové délce 589,3 nm (průměrná hodnota vlnových délek spektrálních čar dubletu D světla sodíkové výbojky, $\lambda = 589{,}0$ a 589,6 nm), která je při měření indexu lomu nejčastěji používanou lampou. Detailní návod pro použití refraktometru naleznete na pracovním místě.

3.5.9 UV-Vis spektrofotometr

Podstatou přístrojů pro měření elektronových absorpčních spekter – tj. *spektrofotometrů* – je získání monochromatického záření a měření změny jeho intenzity při průchodu roztokem zkoumané látky. Základní prvky spektrofotometrů jsou zdroj světla, monochromátor, kyvetový prostor a detektor. Spektrofotometry mohou být uspořádány jednopaprskovým nebo dvojpaprskovým způsobem (**Obr. 19**).

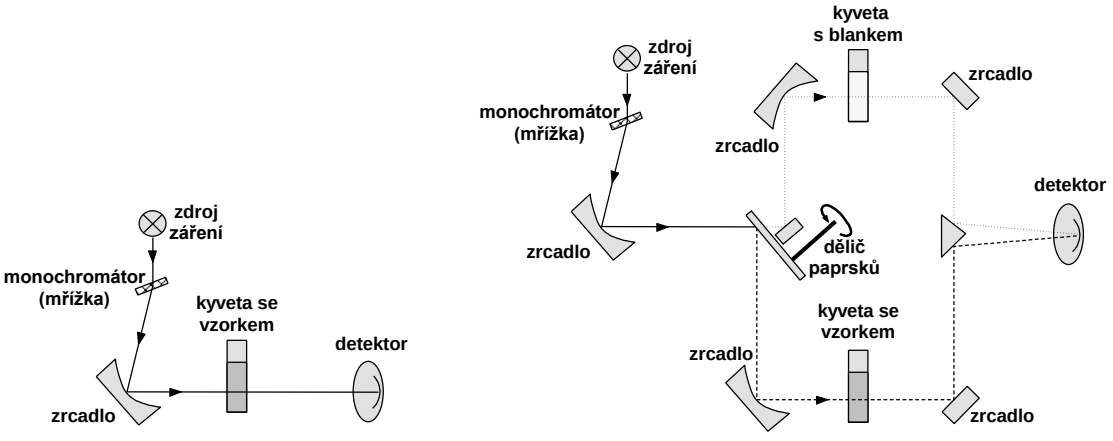
U *jednopaprskového* spektrofotometru se nejdříve změří tzv. „*blank*“ (srovnávací roztok, obvykle čisté rozpouštědlo). Záření ze zdroje projde kyvetou obsahující srovnávací roztok, kde je poněkud zeslabeno (odrazem od stěn kyvety, absorpcí rozpouštědlem nebo ostatními složkami roztoku) a dopadá na detektor (nejčastěji fotočlánek). Vzniklý fotoelektrický proud je změřen a je mu přiřazena nulová hodnota absorbance. Po nahrazení kyvety se srovnávacím roztokem kyvetou se vzorkem je pak změřena absorbance neznámého vzorku.

U *dvojpaprskového* spektrofotometru prochází paprsek jak měřeným, tak i srovnávacím vzorkem. Paprsek je po výstupu z monochromátoru směrován rotujícím zrcadlem střídavě do měrné a do srovnávací kyvety. Po výstupu z kyvet jsou oba paprsky pomocí zrcadel vedeny do detektoru, který zjistí intenzitu prošlého záření v jednotlivých kyvetách.

U spektrofotometrů je monochromatické záření získáváno po disperzi hranolem nebo mřížkou. Jako zdroj spojitého záření se ve spektrofotometrech pro blízkou ultrafialovou oblast používá nejčastěji deuteriová výbojka. Pro viditelnou oblast se používají wolframové nebo halogenové žárovky.

Absorbujícím prostředím je kapalný vzorek umístěný do speciální nádobky – *kyvety*. Základní podmínkou pro kyvety je, aby materiál, ze kterého jsou zhotoveny, neabsorboval záření ve sledovaném vlnovém rozsahu: pro UV oblast se používají křemenné kyvety, pro viditelnou oblast lze používat i kyvety skleněné či plastové. Kyvety pro spektrální měření jsou citlivé na mechanické poškození, proto je třeba je plnit s maximální opatrností, optimálně pomocí plastového kapátka.

Detailní návod pro použití spektrofotometru naleznete na pracovním místě.



Jednopaprskový přístroj Dvojpaprskový přístroj

Obr. 19. Schémata základních typů spektrofotometrů.

3.5.10 Laboratorní pec

K zahřívání látek na vysokou a definovanou teplotu slouží *elektrické pece*. Jedná se

o vyvložkované komory s odporovým ohřevem, ve kterých je dosahovaná teplota regulována příkonem odporového vytápění. Moderní typy bývají programovatelné, a umožňují definované zahřívání i chladnutí (nastavení rychlosti ohřevu/chladnutí, dobu zahřívání při dané teplotě apod.).

3.6 Chemikálie, sušící činidla a rozpouštědla

Chemické látky používané pro reakce (*reaktanty*) bývají skladovány v zásobních láhvích. Na nich musí být zřetelně napsaný název (případně vzorec) dané chemikálie a její čistota (případně i koncentrace). Na štítcích komerčních láhví s chemikáliemi jsou často uváděna i základní charakterizační data dané chemikálie, např. molární hmotnost, u pevných látek navíc teplota tání, u kapalin pak teplota varu, hustota a index lomu. K nabírání a navažování látek ze zásobních láhví používejte vždy jen čisté pomůcky (kopistky, lžičky, injekční stříkačky, kapátka), a ihned po odebrání požadovaného množství chemikálie zásobní láhev pečlivě uzavřete. Odebírejte jen takové množství látky, které budete potřebovat k práci.

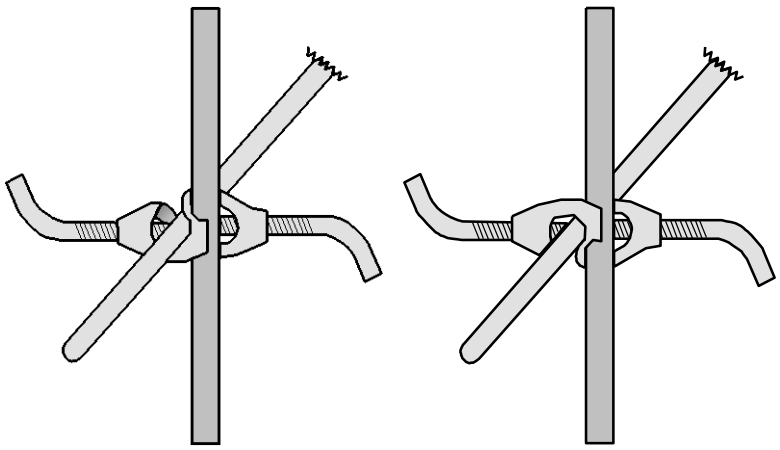
Jako *sušící činidla* se používají látky, které mají schopnost odnímat vodu ze svého okolí, např. tvorbou hydrátů, chemickou reakcí s vodou nebo prostou adsorpcí. K sušení roztoků v organických rozpouštědlech se často používají bezvodé anorganické soli, které působením vody vytvoří krystalický hydrát (např. Na_2SO_4, $MgSO_4$, $CaCl_2$), jako náplň do exsikátorů se často používá P_4O_{10}, který reakcí s vodou vytvoří polymerní kyselinu fosforečnou $(HPO_3)_x$. Do exsikátorů jsou též vhodnou náplní peličky alkalických hydroxidů. Ty zároveň odstraňují ze vzduchu i CO_2. Výborným sušidlem do exsikátorů je i koncentrovaná H_2SO_4, avšak kapalná náplň poněkud znesnadňuje manipulaci s exsikátorem. Často se k sušení používají i vyžíhaný *silikagel* nebo *molekulová síta*. Molekulová síta jsou chemicky hlinitokřemičitany (zeolity) s krystalovou mřížkou tvořící definované dutiny, které mají pro jednotlivé druhy molekulových sít charakteristický rozměr, a do nichž se selektivně vážou malé molekuly (kromě vody např. i methanol apod.). Jejich výhodou je vysoká kapacita, možnost jejich regenerace vyžíháním, a vysoká chemická inertnost. Právě jejich inertnost umožňuje vysušení rozpouštědel nasypáním vyžíhaného molekulového síta do láhve s rozpouštědlem a delším stáním, případně vázání při reakci vznikající vody přímo v reakční směsi.

Pro provedení chemických reakcí jsou velmi důležitá *rozpouštědla*. Rozpouštědlem je kapalná látka, která se většinou přímo nezúčastňuje prováděné chemické reakce, ale jejíž přítomnost je nutná pro zdárný průběh reakce. Nejčastěji tím, že původní reaktanty rozpustí a umožní tak jejich vzájemnou reakci. Oproti tomu by při prostém smíchání pevných reaktantů k žádné reakci nedošlo, protože difúze v pevném stavu je zanedbatelně pomalá a jednotlivé reaktanty by se tedy na molekulární úrovni nepotkaly. Dále se rozpouštědla používají při krystalizacích, extrakcích, chromatografiích apod. Nejlevnějším a v anorganické chemii nejběžnějším rozpouštědlem je voda. Mnohdy však voda jako rozpouštědlo nevyhovuje, zvláště pro organické reakce, neboť většinu organických látek nerozpouští a při průběhu mnohých organických reakcí přítomnost vody (i stopová) dokonce vadí. Pak je nutné použít vhodná organická rozpouštědla. Jako rozpouštědla mohou působit i na první pohled velmi exotické látky, např. HF, NH_3, SO_2 nebo nadkritický CO_2. Poslední zmíněné rozpouštědlo je v průmyslu často používaným (a mnohdy nenahraditelným) extrakčním činidlem; používá se v ohromném množství např. pro extrakci kofeinu z pražené kávy.

4. Základní laboratorní operace

4.1 Sestavování aparatur

Při sestavování složitějších aparatur je nutné, aby *aparatura byla umístěna nad kovovou deskou stojanu* (a ne z boku nebo dokonce zezadu – pak hrozí převážení a převrhnutí stojanu s aparaturou). Aparatury stavějte vždy odspodu nahoru. Nejspodněji ležící součást aparatury (nejčastěji reakční baňka) musí být pevně uchycena klemou utaženou v místě zábrusu baňky, ne však příliš těsně (pak totiž hrozí prasknutí skla). Dále je nutné zamezit přímému kontaktu kovu klemy a skla baňky. Klemy mívají korkovou vložku, pokud je tato již odřená, poslouží ke stejnému účelu kousky rozstřižené pryžové hadičky, navlečené zvenku na hrdlo baňky. Ostatní části aparatury již nemusí být uchyceny. Použití druhé klemy je nutné, pouze jedná-li se o těžké nebo rozsáhlejší aparatury, např. s chladiči apod. Tyto další části aparatury však nesmějí být pevně uchyceny, ale pouze zajištěny (volně přidržovány). U destilací, kde hmotnost sestupného chladiče naplněného vodou působí velkou pákou na zábrusové spoje a hrozí rozlomení skla, je nutné chladič podepřít klemou přichycenou k dalšímu stojanu.
Při uchycování klem do křížových svorek *musí být křížová svorka orientována vždy tak, aby násada klemy do svorky zapadala shora* (**Obr. 20**).



Obr. 20. Připevnění klemy nebo kruhu křížovou svorkou ke stojanu.

Pokud bude aparatura zahřívána v lázni na elektrické míchačce (nebo plotýnce), je výhodné podložit míchačku zdvižnou plošinkou (teleskopickým podstavcem). Toto uspořádání umožňuje rychlé přerušení zahřívání (pokud by došlo k neočekávaným událostem, např. k přehřátí směsi, nastartování exotermické reakce apod.) posunutím míchačky s lázní dolů.

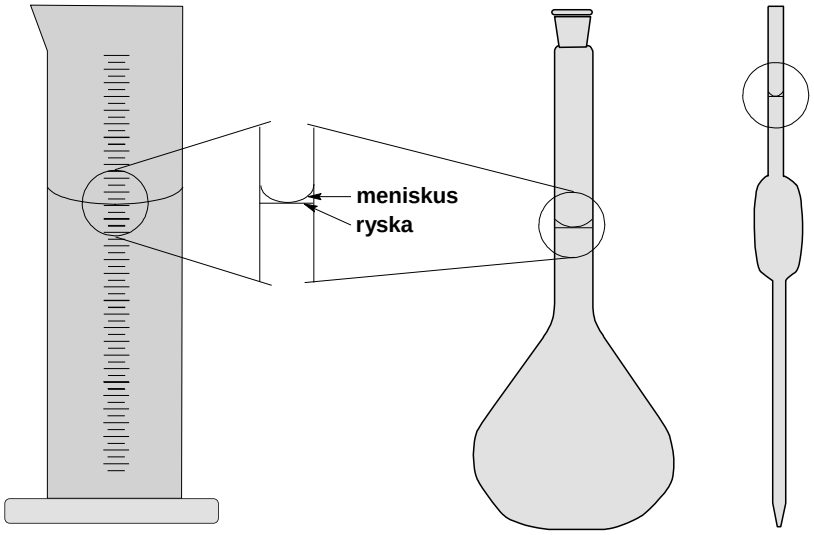
4.2 Vážení

V praxi (i v tomto praktiku) se nejčastěji setkáte s *váhami digitálními*, které umožňují tzv. *tárování* (nastavení nulové hmotnosti). Prázdnou nádobku, do které budete navažovat danou látku, položte na čtverec papíru umístěný na ploše vah a stiskněte tlačítko „TARE“. Tím se překalibruje nulová hmotnost a poté můžete navažovat bez nutnosti odečítání hmotnosti prázdné nádobky. Pro odvážení reaktantu nebo produktu, jejichž navážky není nutno znát zcela přesně, jsou vhodné kádinky, a vážení provádějte na *předvážkách*. Pokud budete připravovat vzorky pro analytická stanovení, nebo budete pracovat s velmi malými množstvími látek (řádově desítky/stovky miligramů), tak používejte *váhy analytické*. Jako nádobky pak slouží nejčastěji skleněné nebo porcelánové lodičky, z nichž lze naváženou látku

pohodlně kvantitativně spláchnout, např. proudem vody ze střičky. Toto tzv. *kvantitativní převedení* (spláchnutí) do např. titračních nebo odměrných baněk se využívá hlavně v analytické chemii při manipulaci s přesně odváženými vzorky nebo standardy. Alternativou může být i tzv. *diferenční vážení*. Provádí se tak, že se nejprve zjistí (zváží) hmotnost nádobky s danou chemikálií (nebo vzorkem), a po jejím odsypání např. do titrační baňky se zjistí hmotnost prázdné nádobky včetně zbytků odvažované látky ulpěných na stěnách. Z rozdílu těchto hodnot se pak zjistí přesné množství odsypané látky/vzorku. Výhodou tohoto přístupu oproti kvantitativnímu oplachování je fakt, že se nemusí vysušovat nádobka před dalším vážením při sériových stanoveních.
Při vážení na analytických vahách je nutné uzavřít prosklenou skříňku vah – tím se omezí proudění vzduchu, které může způsobit výchylku (kolísání) těchto přesných vah. Váženého předmětu se při přesných stanoveních pokud možno nedotýkejte prsty – při dané přesnosti vážení totiž hraje roli i pot nebo případné nečistoty ulpěné na rukách.
Váhy lze použít i k odměřování množství kapalin. Kapaliny lze s úspěchem vážit uzavřené v injekčních stříkačkách, větší množství nepříliš těkavých kapalin lze vážit i v otevřených nádobách (např. v kádinkách).
Váženou látku nikdy nesypejte přímo na misku vah. Vždy používejte vhodně velký ústřižek filtračního papíru, nebo ještě lépe – ústřižek hlazeného papíru (vhodný je papír např. z katalogu firem dodávajících chemikálie), nebo vhodnou nádobku (kádinku, lodičku, váženku), kterou ovšem nestavějte přímo na misku vah, ale též na papír, abyste zabránili znečištění vah při případném rozsypání odvažované látky. V případě rozsypání odvažované látky je nutné váhy ihned očistit, např. pomocí štětce, případně váhy rozebrat a jejich misku omýt a osušit. Toto však neprovádějte sami, ale požádejte o pomoc pedagogický dozor.

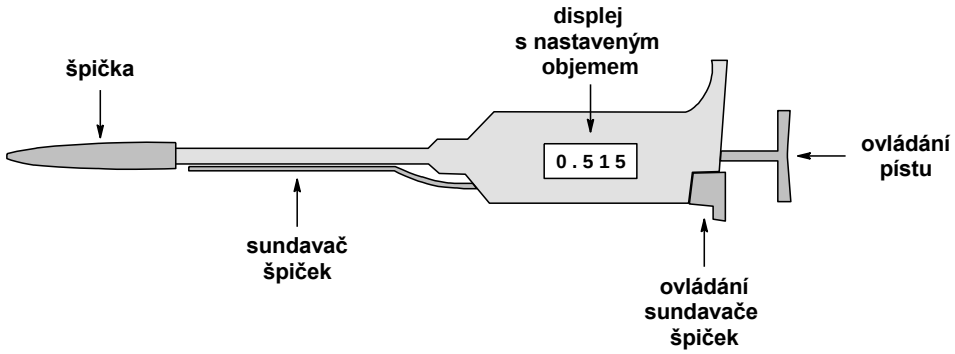
4.3 Měření objemu

Pro přibližné odměření objemu obvykle postačují *kádinky* s orientačními ryskami. Přesněji lze odměřit objem pomocí *válců*, nejpřesněji pak pomocí *pipet*, *byret* a *odměrných baněk*. V těchto případech slouží k odečtení daného objemu jemné rysky. Vzhledem k povrchovému napětí kapalin není hladina kapaliny zejména v úzkých trubicích rovná, ale je zakřivena do tzv. *menisku*. Za dosažení rysky značící daný objem se považuje stav, kdy se jí dotýká nejnižší bod menisku při pozorování v rovině rysky (viz **Obr. 21**).



Obr. 21. Odečítání objemu kapaliny v odměrném válci, doplnění odměrné baňky po rysku a pipetování deklarovaného objemu.

Měření objemů velikosti jednotek až stovek ml až jednotek litrů se provádí pomocí *odměrného válce* (viz **Obr. 21**).
Pro objemy řádově jednotek až desítek ml s přesností na desetiny ml jsou vhodné *dělené pipety*. Pipetovanou kapalinu nasajte do pipety (dříve se nasávání běžně provádělo ústy, dnes je to z důvodu bezpečnosti zakázáno, proto se používá nasávací balónek nebo píst). **Do zásobního roztoku se smí vnořit jen čistá a suchá pipeta!** Je třeba nasát poněkud více, než je požadovaný pipetovaný objem. Po sundání balónku/pístu uzavřete horní konec pipety ukazováčkem a opatrně připouštějte vzduch – tím odpustíte kapalinu – tak, aby se meniskus kapaliny shora dotkl rysky odpovídající měřenému objemu (viz **Obr. 21**). Potom pipetu ve svislé poloze přeneste nad nádobu, do níž má být kapalina vypuštěna, a uvolněním ucpaného otvoru vypustíte kapalinu.
V odměrné analýze se setkáte i s *nedělenými pipetami*. Jejich vnitřní objem (typicky desítky ml) je kalibrovaný po rysku uvedenou na zúžené horní části pipety, ke které musí dosahovat meniskus kapaliny (viz **Obr. 21**). Odpipetovaný objem pak zvolna vypusťte do patřičné nádoby (např. titrační baňky). Pipetu v žádném případě *nesmíte vyfukovat* (vnitřní objem pipety je *kalibrovaný na vylití*, tzn. s korekcí na poslední kapku, která zbude ve špičce pipety; navíc by mastné látky z dechu mohly znečistit vnitřní povrch pipety a způsobit tak jeho nesmáčivost). Po volném vytečení pipetované kapaliny z pipety se pouze lehce dotkněte špičkou pipety stěny nádoby, do níž jste pipetovaný roztok vypouštěli. Tím se z pipety vyprázdní celý objem, na který je daná pipeta kalibrovaná. Při sériových pipetováních se pipety před každým pipetováním nečistí, nýbrž opakovaně vyplachují malým množstvím nového roztoku, který budete pipetovat.
K přibližnému odměřování kapalin jen na počet kapek lze použít *kapátka* nebo *Pasteurovy pipety*.
Pohodlně lze k odměření malých objemů roztoků použít *injekční stříkačky*. Ty mívají celkový objem 1–50 ml, a různou jemnost dělení stupnice. Nejběžnější typy jsou plastové, ale mohou být i skleněné. S úspěchem jich lze využít při odměřování těkavých, toxických nebo páchnoucích kapalin.
K velmi přesnému odměření (i velmi) malých objemů (řádově µl až ml, s přesností na 3–4 platné cifry) se používají *automatické pipety* (**Obr. 22**). Ty bývají buď fixní (nastavené na jeden přesný objem), nebo nastavitelné v určitém rozsahu objemů. Objem se nastavuje pomocí šroubu v horní části pipety, většinou ovládaném otáčením pístu; aktuální nastavená hodnota se zobrazí na displeji.



Obr. 22. Automatická pipeta.

Při práci s automatickou pipetou je *nutné nasadit pipetovací špičku* odpovídající velikosti (v žádném případě *nesmíte pipetovat bez špičky*, tj. přímo do těla pipety). Špičky jsou plastové a barevně rozlišené podle velikosti: obvykle bílé pro pipetování 1,0–5,0 ml, modré pro 200–1000 µl a žluté pro objemy 20–200 µl. *Píst má dvě pozice – první pozice odpovídá*

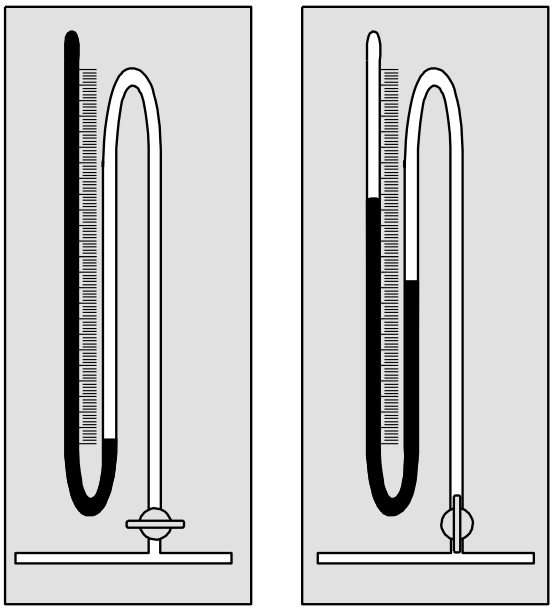
nastavenému objemu, zatímco druhá pozice slouží ke kompletnímu vytlačení pipetované kapaliny z pipetovací špičky. Nasátí kapaliny provádějte následovně: stiskněte lehce píst pipety na první doraz a ponořte špičku pod hladinu pipetované kapaliny. Poté pomalu pouštějte píst a sledujte, zda se kapalina nasává do špičky. Pipetu s nasátou kapalinou přemisťujte vždy ve svislé poloze, *nikdy ji nepokládejte*. Při vypouštění stiskněte píst až k druhému dorazu – tím vytlačíte z pipety i poslední zbytek kapaliny.
Při pipetování roztoků v těkavých organických rozpouštědlech často dochází k samovolnému vytékání pipetovaného roztoku ze špičky. Díky odparu rozpouštědla totiž vzrůstá tlak plynu uvnitř těla pipety a tím se vytlačuje roztok ven. Tento jev lze omezit tím, že před vlastním pipetováním roztok několikrát nasajete do špičky a vypustíte.

4.4 Měření teploty

K měření teploty slouží nejčastěji *teploměry*, případně elektronická čidla (*odporové teploměry*, *termočlánky*). Klasické teploměry jsou založené na tepelné roztažnosti kapaliny uzavřené v baničce spojené s kapilárou. Nejčastěji se používají teploměry rtuťové. Při ohřevu/ochlazení pak kapalina (rtuť) v baničce změní svůj objem, a na vhodně kalibrované kapiláře pak ukáže svojí teplotu. Při měření teploty kapalin (reakčních směsí, lázní apod.) pomocí teploměru je nutné ponořit celou baničku teploměru do měřené kapaliny. Zároveň je nutné, aby se banička teploměru nedotýkala stěn nádoby. Při rozbití teploměru je možný únik kovové rtuti, jejíž páry jsou velmi toxické. Proto je nutné případnou rozsypanou rtuť zneškodnit (viz **kapitola 2.1**) a nehodu neprodleně ohlásit pedagogickému dozoru.
Odporové teploměry jsou zhotovovány z materiálů, jejichž elektrický odpor se výrazně mění s teplotou; u termočlánků je využívána změna napětí na spoji dvou různých kovů v závislosti na změně teploty.

4.5 Měření tlaku

K měření tlaku atmosféry v laboratoři (tj. tlaku atmosférického, který mírně kolísá kolem hodnoty cca 100 kPa) slouží podobně jako v meteorologii *barometr*. Pro měření tlaku sníženého (např. při práci s evakuovanými aparaturami), eventuálně i zvýšeného (např. při práci s vysokotlakými autoklávy) slouží nejrůznější typy *manometrů*. V praxi se častěji pracuje za tlaku sníženého.



Obr. 23. Rtuťový manometr.

Kromě moderních (a drahých) elektronických sond se k měření sníženého tlaku používá nejčastěji rtuťový manometr (**Obr. 23**). Jeho jádrem je esovitě zahnutá silnostěnná trubice, na jedné straně uzavřená, naplněná rtutí. Pokud připojíte manometr k evakuované aparatuře (otevřením kohoutu), dojde ke klesání rtuti z uzavřeného ramene manometru, a ke stoupání její hladiny v rameni připojeném k aparatuře (teoreticky by při dosažení dokonalého vakua došlo až k vyrovnání hladin v obou ramenech). Rozdíl výšky hladin v obou ramenech pak udává velikost tlaku v aparatuře; jednotkou je torr (1 mm rtuťového sloupce). Pro přepočet tlaku udávaného v torrech na pascaly platí následující úměra:

1 atmosféra = 101325 Pa = 760 Torr (mmHg)

Občas se při neopatrném zacházení (např. při překlopení) dostane do uzavřeného ramene manometru vzduchová bublinka nebo dokonce malé množství nějaké kapaliny. Taková nečistota se pak při připojení manometru ke zdroji vakua rozepne, a může dojít k poklesu hladiny rtuti v uzavřeném rameni pod hladinu v otevřeném rameni. Pak manometr ukazuje „záporný“ tlak, což je zjevně nesmyslné. Takovouto závadu ihned nahlaste vyučujícímu.

Při zavzdušňování manometru (během kterého dojde k vystoupání rtuti zpět na konec trubice manometru) je třeba postupovat opatrně, a vzduch připouštět pomalu. Při prudkém zavzdušnění a rychlém návratu rtuti do původní polohy může dojít k proražení uzavřeného ramene setrvačností těžkého rtuťového sloupce.

4.6 Měření pH

V acidobazických rovnováhách hraje důležitou roli veličina označovaná jako pH. Ta je definována jako *záporný dekadický logaritmus aktivity oxoniových iontů*. Aktivita iontu je přímo úměrná jeho koncentraci, a parametr této úměrnosti je tzv. *aktivitní koeficient*. Ten je pro zředěné roztoky blízký jedné, proto se v praxi jeho vliv zanedbává a místo aktivity se do uvedeného vztahu dosazuje číselná hodnota koncentrace odpovídající rozměru mol·dm^{-3}, tj. $\mathrm{pH} = -\log\{c(\mathrm{H_3O^+})\} = -\log[\mathrm{H_3O^+}]$.

Protože i čistá voda je částečně disociována na ionty podle rovnice:

$$2\ \mathrm{H_2O} \rightleftharpoons \mathrm{H_3O^+} + \mathrm{OH^-},$$

lze definovat rovnovážná konstanta této reakce (při zahrnutí „konstantní“ koncentrace vody ve vodě do hodnoty konstanty) jako:

$$K_\mathrm{w} = [\mathrm{H_3O^+}] \cdot [\mathrm{OH^-}].$$

Konstanta K_w se nazývá *iontový součin vody* a při laboratorní teplotě má hodnotu zhruba $1\cdot10^{-14}$. Její záporný dekadický logaritmus pK_w má tedy hodnotu 14. V čisté vodě jsou koncentrace oxoniových iontů a hydroxidových iontů vzniklých autoprotolýzou stejné:

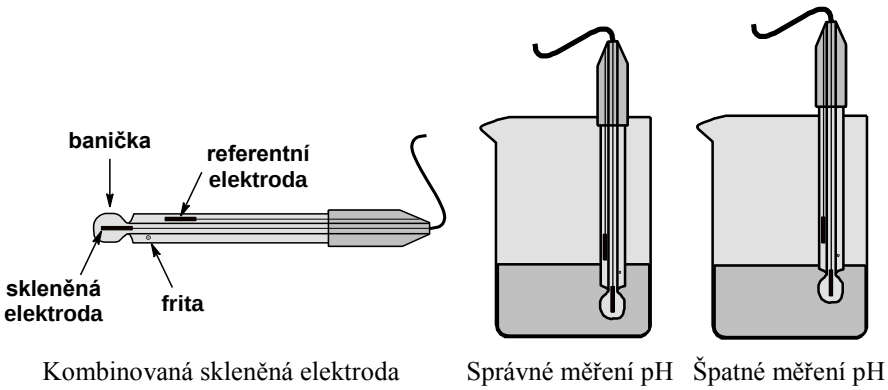
$$[\mathrm{H_3O^+}] = [\mathrm{OH^-}] = \sqrt{10^{-14}} = 10^{-7},$$

a pH je tedy rovno hodnotě 7. Roztoky s touto hodnotou pH se nazývají *neutrální*. Pokud je v roztoku vyšší koncentrace oxoniových iontů než hydroxidových iontů, nazývá se takový roztok jako roztok *kyselý* a hodnota jeho pH je *nižší než 7*. Oproti tomu roztoky s vyšší koncentrací hydroxidových iontů než oxoniových iontů se nazývají *zásadité* (*bazické*) a hodnota jejich pH je *vyšší než 7*.

Orientačně lze pH zjistit použitím *pH-papírku*. Jedná se o papírek napuštěný směsí různých acidobazických indikátorů, které se v roztocích při různých pH různě zabarví. Podle barevné škály pak lze odhadnout pH studovaného roztoku s přesností na jednotky (pomocí univerzálního pH-papírku) až desetiny (při použití pH-papírků speciálně dedikovaných pro vybraný rozsah pH).

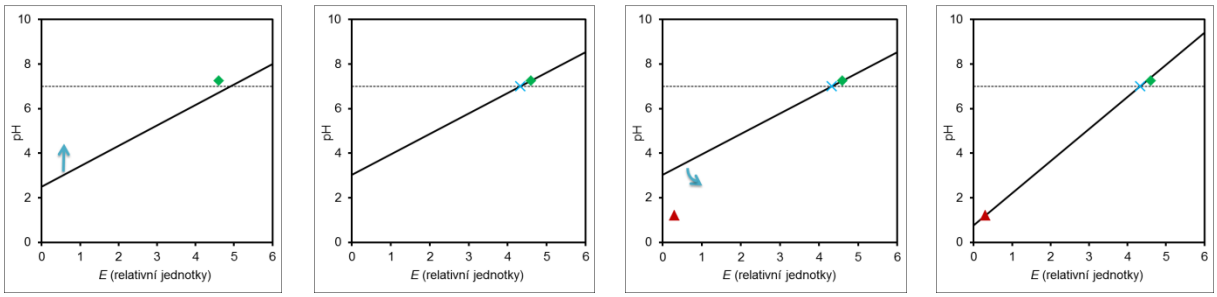
K přesnému měření se však používá *pH-metr*. Jedná se o citlivý voltmetr, který měří změnu *potenciálu* (*napětí*) mezi elektrodami. Potenciál jedné z nich (pracovní elektrody) je závislý na koncentraci oxoniových iontů (a tedy na pH), potenciál druhé z nich (referenční elektrody) je na pH nezávislý. Nejčastěji jsou obě elektrody spojené do *kombinované* elektrody

(Obr. 24). Pracovní (pH-citlivou) elektrodou je obvykle *skleněná* elektroda, referenční elektrodou bývá *kalomelová* nebo *argentchloridová* elektroda. Na spodní části kombinované skleněné elektrody je skleněná tenkostěnná baničkа, která není mechanicky příliš odolná. Proto je nutné s kombinovanou skleněnou elektrodou pracovat velmi opatrně. Elektroda se musí skladovat ve svislé poloze – nesmí se otáčet vzhůru nohama, ale ani pokládat vodorovně – mohlo by totiž dojít k vytečení vnitřního elektrolytu. Komunikaci referenční elektrody s měřeným roztokem zajišťuje malá frita (můstek) umístěná nad skleněnou baničkou. **Při vlastním měření je nutné, aby tato frita byla ponořena pod hladinu měřeného roztoku** (Obr. 24).



Obr. 24. Práce s kombinovanou elektrodou.

Protože pH-metr primárně odečítá hodnoty napětí (potenciálu) mezi elektrodami, je nutné provést *kalibraci* – tj. zjistit převodní parametry měřeného signálu ze škály napětí (typicky s jednotkou mV) do škály pH. Kombinovaná elektroda se ponoří do pufru o známé hodnotě pH, a po ustálení se nastaví požadovaná hodnota. Protože je převod škály mV na pH lineární, stačí kalibraci hodnoty pH provést ve dvou bodech, které určí parametry kalibrační přímky – lineární člen (směrnice, slope) a konstantní člen (intercept, offset).



Obr. 25. Průběh kalibrace pH-metru: a) předchozí kalibrace uložená v paměti přístroje s prvním kalibračním bodem (zelený čtvereček); b) posunutí původní kalibrační přímky do prvního kalibračního bodu; směrnice zůstává zachována, mění se offset; c) změření druhého kalibračního bodu (červený trojúhelník) a úprava směrnice tak, aby jím procházela kalibrace – přístroj si obvykle automaticky stanoví bod otáčení směrnice v hodnotě pH = 7 (průsečík nové přímky a neutrálního pH, bledě modrý křížek); d) finální kalibrace.

Kalibrace se nejčastěji provádí na dva pufry – jeden neutrální, a druhý s hodnotou pH ležící v mírně kyselé nebo v mírně bazické oblasti, podle toho, v jaké oblasti pH budou prováděna vlastní měření. Převod naměřeného napětí na pH se pak obvykle v přístroji nastavuje následujícím postupem: nejprve se ponoří elektroda do neutrálního pufru (nebo pufru s hodnotou alespoň blízkou pH 7), a nastavením konstantního členu (offset) se kalibrační přímka posune do požadované výšky. Poté se elektroda vloží do druhého pufru (kyselého

nebo bazického) a upraví se směrnice (slope) kalibrační přímky. Kvalita kalibrace se poté ověří opětovným změřením pH neutrálního pufru – pokud byla kalibrace provedena správně, změřené pH se neliší od původně nastavené hodnoty. Grafické znázornění kalibračního procesu je uvedeno na **Obr. 25**. Protože ve většině pH-metrů se směrnice otáčí kolem bodu s neutrálním pH, je nutné dodržet pořadí pufrů a nastavovaných parametrů. Toto tvrzení lze snadno graficky dokázat nakreslením analogie k **Obr. 25** při opačném postupu; zvědavý student jistě zvládne sám. Detailní návod pro použití pH-metru naleznete na pracovním místě.

4.7 Zahřívání

K *zahřívání* reakčních směsí slouží nejrůznější zařízení, jako jsou *kahany*, *topná hnízda*, *topné míchačky* nebo *lázně* zahřívané *na topných plotýnkách*, případně nad kahanem. K žíhání (zahřívání na velmi vysokou teplotu) lze využít také *žíhacích pecí*, ve kterých lze dosahovat dobře definovaných teplot i přes 1000 °C. Pro zahřívání na nižší definovanou teplotu (do cca 200 °C) lze s úspěchem využít i elektrické *sušárny*.

Abyste se vyhnuli nebezpečí *utajeného varu* reakčních směsí (tj. přehřátí reakční směsi nad teplotu varu použitého rozpouštědla a jejímu náhlému prudkému vykypění), je třeba zahřívanou směs míchat. K tomuto účelu slouží *míchadla* (malé magnetky, potažené teflonem nebo zatavené do skla). Alternativou je používání *varných kamínků*. Jedná se o drobné porézní kousky (nejčastěji se používají střípky nepolévaného porcelánu), které zahříváním uvolňují bublinky vzduchu ze svých pórů a tím iniciující var. Důležité upozornění – pokud přestanete vodní lázeň nebo reakční směs zahřívat, dojde k nasátí kapaliny do pórů v kamínčích a při novém zahřívání jsou tyto už nefunkční (není v nich žádný plyn). Proto je nutné při každém opětovném zahřívání po předchozím přerušení dodat čerstvý varný kamínek. Použité varné kamínky neschovávejte. *Vyhazujte* je do koše, v žádném případě je při mytí použitých nádob *nevysypávejte do umyvadla*.

4.7.1 Zahřívání nad kahanem a žíhání

Při orientačních reakcích či zkouškách ve zkumavkách se velmi často provádí zahřívání nad plamenem. V takových případech držte zkumavku upnutou v držáku mírně šikmo, a neustále s ní pohybujte, aby se její obsah míchal. Ústí zkumavky musí být odvráceno od osob, nejlépe do rohu místnosti či digestoře. Tímto způsobem nelze zahřívat hořlavá organická rozpouštědla. Je třeba mít na paměti, že *plamenem lze zahřívat pouze tenkostěnné zkumavky*.

Přímé zahřívání jiných skleněných nádob nebo jiných částí skleněných aparatur plamenem se provádí jen výjimečně (např. při dosušování aparatur). V takových případech držte kahan v ruce a pohybujte s ním tak, abyste zahřívané sklo jen „olizovali“ plamenem a zahřívali ho tak jen v nejnižší nutné míře a stejnoměrně ze všech stran. Častěji se vhodné chemické nádobí – např. kádinky a Erlenmeyerovy baňky – zahřívají na drátěné síťce, opatřené keramickým (dříve azbestovým) terčem, položené na trojnožce či na kruhu upevněném na stojanu. *Nikdy nesmíte zahřívat otevřeným plamenem nádoby s hořlavými rozpouštědly.*

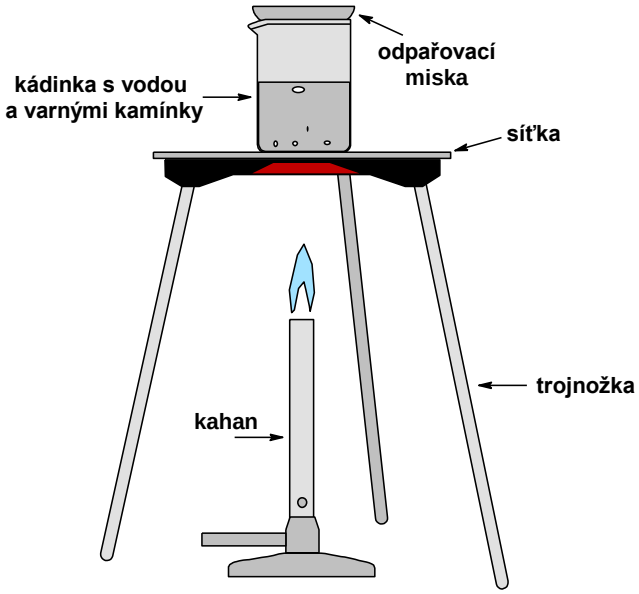
Speciálním laboratorním postupem je *žíhání*. Provádí se nejčastěji v porcelánovém kelímku nad kahanem, a slouží k provedení reakcí za vysokých teplot. Na začátku žíhání je nutné kelímek zahřívat opatrně, aby náhlým pnutím nepraskl. Kahan proto držte v ruce a pohybujte s ním tak, abyste špičkou plamene kelímek mírně zahřívali. Až po jeho ohřátí postavte kahan přímo pod kelímek tak, aby dno kelímku bylo v oblasti maximální teploty plamene (viz **kapitola 3.3.3**). Alternativně lze k žíhání využít i žíhací pec – výhodou je možnost dobře definovat (regulovat) teplotu, při které se žíhání provádí.

Žíhání má i využití v analytické chemii v *termogravimetrii*. V řadě případů je zahřívání provázeno definovaným rozkladem a z hmotnostního úbytku při žíhání lze vypočíst stechiometrické koeficienty příslušného děje. Abyste v malém měřítku stanovili hmotnostní

úbytek, je nutné pracovat s maximální přesností. To se týká jak stanovení hmotnosti použitého kelímku, tak navážky vzorku a hmotnosti rezidua po vyžíhání. Zde se používá technika *žíhání do konstantní hmotnosti*: prázdný kelímek (nebo kelímek s produktem žíhání) žíhejte v žíhacím trianglu položeném na trojnožce nebo kruhu *nesvítivým* plamenem plynového kahanu po dobu alespoň 5 min. (Svítivý plamen se k termogravimetrii nehodí – dosahuje nižší teploty než nesvítivý, a usazené saze navíc zvyšují hmotnost kelímku.) Pak kelímek sundejte chemickými kleštěmi z trianglu a nechejte jej vychladnout v exsikátoru. *Kelímku se* už *nesmíte dotýkat rukou*, ulpěl by na něm pot a zkresloval by výsledek vážení. Přenášejte jej tedy výhradně pomocí čistých chemických kleští nebo pinzety. Poté kelímek zvažte na analytických vahách a znovu intenzivně vyžíhejte, opět po dobu 5 min. Nechejte jej vychladnout a opět zvažte. Liší-li se výsledky vážení o více než ±1 mg, žíhání ještě zopakujte, dokud nebude hmotnost kelímku zjištěná při dvou následujících váženích stejná (nebude se lišit o více než 1 mg). **Provádíte tak žíhání do konstantní hmotnosti, proto dále pracujte s poslední zjištěnou hmotností, a nikoliv s průměrem z poslední a předposlední hodnoty.** Byť je tento fakt zřejmý, objevuje se tato chyba v protokolech poměrně často.

4.7.2 Zahřívání na vodní lázni

Zahřívání a zahušťování (odpařování) na vodní lázni se provádí nejčastěji v porcelánové misce, která je zespodu zahřívána stoupající vodní parou. Mnohdy postačí improvizovaná vodní lázeň, vytvořená z kádinky přiměřené velikosti (**Obr. 26**). Do vodní lázně pro jistotu přidejte varné kamínky, aby nedošlo k jejímu utajenému varu.



Obr. 26. Improvizovaná vodní lázeň.

4.7.3 Zahřívání v lázni

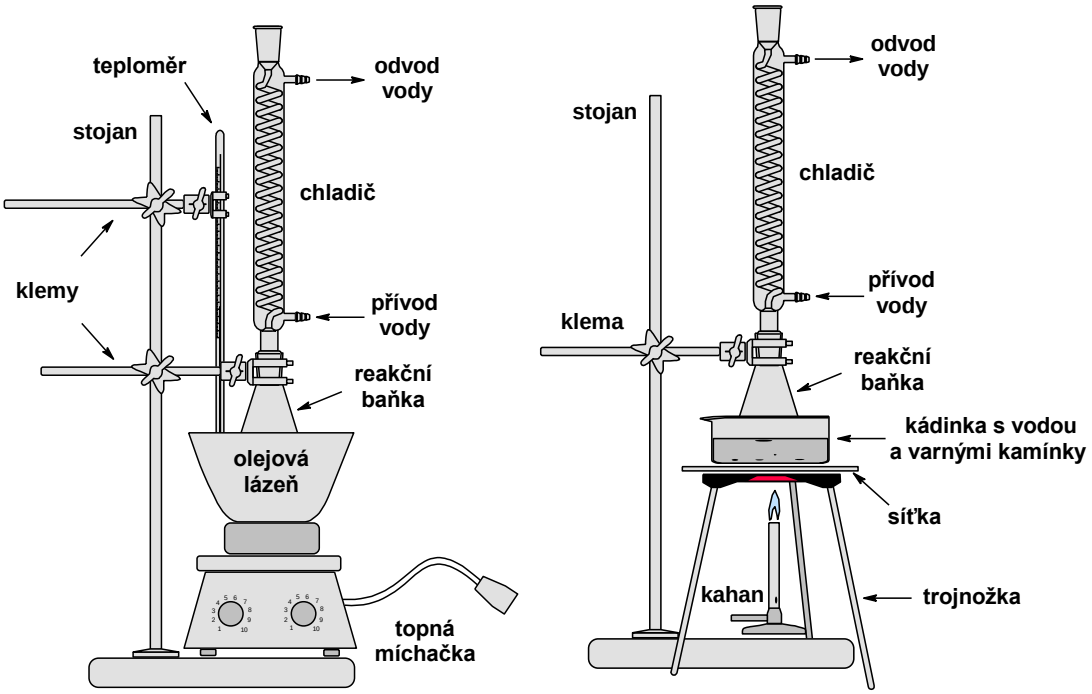
Dlouhodobé *zahřívání* reakční směsi *k varu* se současným vracením zkondenzovaných par rozpouštědla zpět do baňky se označuje jako *zahřívání k refluxu* (občas se slangově označuje též jako tzv. *refluxování*). Aparatura k tomu vhodná je znázorněna na **Obr. 27**. Ke chlazení par vroucích kapalin se používají zpětné chladiče. Zpětný chladič zabraňuje úniku par z aparatury, přičemž kondenzát se vrací zpět k vroucí kapalině. *Chladící vodu do chladiče pouštějte jen opatrně,* abyste zbytečně nenatlakovali hadici – může pak dojít ke sklouznutí přívodní hadice z chladiče a následnému vodotrysku po laboratoři. K účinnému chlazení vroucí směsi stačí i velmi mírný plynulý proud vody. Věnujte pozornost připojení hadic pro

přívod a odvod chladící vody na správné olivky – zapojujte je tak, aby došlo k úplnému naplnění chladícího tělesa vodou. Při obvyklé konstrukci chladičů se přítok vody pochopitelně nasazuje na spodní olivku, ale některé konstrukční typy chladičů (prstový nebo Dimrothův) mají obě olivky nahoře a je třeba se při zapojování hadic trochu zamyslet.

Jako lázně se používají kovové nádoby (hrnce) s vhodnou kapalinou. Při zahřívání na topné míchačce nelze používat silnostěnné železné hrnce – ty totiž odstiňují magnetické pole, a proto se uvnitř baněk netočí míchadlo. Vhodné jsou nádoby hliníkové nebo nerezové. Lze použít i široké kádinky. Podle náplně lázně je možno zahřívat do různých teplot, nejběžněji používané vodní (do 100 °C) či olejové (do 180–220 °C, záleží na typu oleje) lázně stačí pro většinu použití. Pro dosažení vyšších teplot může jako náplň sloužit i kyselina sírová (do 280 °C), ale třeba i písek. *Při zahřívání lázní tvořených kádinkami nad kahanem je bezpodmínečně nutné použít síťku. Nad kahanem lze zahřívat pouze vodní nebo pískové lázně.*

Ponor baňky, která má být zahřívána, volte tak, aby hladina kapaliny v lázni byla přibližně v úrovni hladiny směsi v baňce. Baňka se nesmí dotýkat dna lázně – mohlo by dojít k jejímu prasknutí vlivem bodového přehřátí. Hladina kapaliny v lázni musí být v dostatečné hloubce pod okrajem nádoby, aby lázeň při manipulaci nepřetekla.

Lázně zahřívejte buď na žádanou teplotu (měřeno teploměrem, nebo u moderních typů topných míchaček pomocí elektronického teploměru se zpětnou vazbou, která umožňuje přesnou regulaci teploty v lázni), nebo, v případě, že má obsah v baňce vařit, postupným zvyšováním nastavte takovou teplotu, při níž má var směsi v baňce přiměřenou intenzitu. V případě používání olejových lázní je velmi vhodné sledovat teplotu lázně pomocí vloženého teploměru. Zahřívá-li se lázeň na topné míchačce, je třeba mít na paměti, že teplota nastavená na míchačce musí být o cca 20 °C vyšší, než je požadovaná teplota lázně. Podobně, pokud chcete reakční směs zahřívat k varu, musí být teplota lázně o zhruba 10–20 °C vyšší, než je teplota varu rozpouštědla.



Obr. 27. Aparatury pro zahřívání k varu.

Pokud zahříváte reakční směs k varu (nebo na teplotu blízkou teplotě varu použitého rozpouštědla), v žádném případě *reakční aparaturu neuzavírejte* (zátkou apod.). Zátkou lze uzavírat pouze takové reakční směsi, u kterých nehrozí žádný vývoj plynu, a které jsou

míchány za laboratorní nebo jen mírně zvýšené teploty. V těchto případech je vhodné použít plastovou zátku – je velmi lehká a relativně měkká, a v případě jejího náhlého „vystřelení“ při vzestupu tlaku v aparatuře nehrozí téměř žádné materiální škody (rozbití zátky, ale i v okolí se nalézajících věcí).
Při zahřívání reakčních směsí obsahujících látky citlivé na kyslík je nutné použít inertního plynu (N_2, Ar). Ani v takovýchto případech aparaturu neuzavírejte zátkou, ale použijte např. balónek naplněný inertním plynem (technika práce v inertní atmosféře je však mimo rámec tohoto kurzu, proto zde není dále rozebírána).
Pokud je zahřívaná směs citlivá k přítomnosti vzdušné vlhkosti, můžete použít i *sušících trubiček*. Při jejich plnění sušidlem je nutné si uvědomit, že skrze trubičku musí vzduch volně procházet – sušidlo tedy musí být hrubě granulované, a v trubičce jej nepěchujte, ale pouze volně vsypte a zajistěte smotkem vaty proti vysypání.

4.7.4 Zahřívání v topném hnízdě

Topná hnízda lze použít pouze k zahřívání kulatých baněk. Jsou vhodná k zahřívání kapalin k varu, nelze je použít k zahřívání na definovanou teplotu pod teplotou varu rozpouštědla. Mohou se používat jen pro baňky odpovídající velikosti – dostupná jsou hnízda určená k zahřívání baněk o velikostech od 50 ml do 6 l. Topná hnízda jsou velmi vhodná pro rektifikace (viz **kapitola 4.14.2**) a pro předestilování větších objemů rozpouštědel.

4.8 Chlazení

Ke chlazení nádob, ve kterých probíhají exotermní reakce, se používají *chladící lázně*. Nejběžnějším chladícím médiem je studená voda, případně směs vody a ledu. Smícháním drceného ledu s některými solemi lze dosáhnout výrazného snížení teploty, např. směs chloridu sodného s ledem v poměru 1:3 sníží teplotu až na −21 °C a směs hexahydrátu chloridu vápenatého s ledem v poměru 1,4:1 až na −55 °C. Tyto metody však mají značnou nevýhodu spočívající ve velké spotřebě používaných solí. Velmi pohodlné chlazení hluboko pod 0 °C umožňuje pomalé přidávání drceného pevného CO_2 (tzv. „*suchého ledu*“) do ethanolu nebo acetonu. Teoreticky lze dosáhnout až teploty suchého ledu, která je −78 °C. U všech těchto chladících směsí je třeba dbát na jemné rozdrcení jejich pevných složek, na kterém účinnost chlazení silně závisí, a ponechat dostatečný čas nutný pro ustavení rovnovážných podmínek.
Jako nádobu, ve které je nalita chladící lázeň s teplotou pod bodem mrazu, je vhodné používat širokohrdlou *Dewarovu nádobu* (*termosku*). Nejčastěji se jedná o tenkostěnnou dvojplášťovou dutou skleněnou nádobu, z jejíhož mezivrství je vyčerpán vzduch (kvůli lepším izolačním vlastnostem vakua). Při práci s termoskou je tedy třeba dbát značné opatrnosti, neboť velmi snadno může dojít k jejímu proražení doprovázenému nebezpečnou implozí.
Ještě nižších teplot lze dosáhnout chlazením pomocí kapalného dusíku (až −196 °C). Zde je použití termosky naprostou nezbytností.
Účinnost chlazení se samozřejmě zvyšuje jak mícháním chladícího média, tak mícháním chlazené látky/směsi.

4.9 Odpařování na rotační vakuové odparce

Při práci s odparkou (popis rotační vakuové odparky viz **kapitola 3.5.6**) je třeba dodržet správný postup, který zamezí kypění a prskání odpařované směsi. Na trubici se zábrusovým jádrem se pomocí svorky připevní baňka s roztokem. Poté se baňka roztočí a pustí se voda do chladícího okruhu. Až poté se zapne membránová pumpa a odparka se evakuuje uzavřením zavzdušňovacího kohoutu. Je třeba vyčkat, až směs v baňce přestane bublat (v této fázi je občas nutné přes pojistný kohout mírně připouštět vzduch, aby nedošlo k překypění směsi).

Teprve poté, až odpařovaná tekutina přestane pěnit, se baňka ponoří do vyhřáté vodní lázně (teplota lázně závisí na charakteru odpařované látky; pro odpaření nízkovroucích organických rozpouštědel postačuje obvykle 30–40 °C, pro odpaření výševroucích rozpouštědel nebo vody je třeba lázeň vyhřát až na 60–70 °C). Pamatujte, že lázeň nesmí mít příliš vysokou teplotu, aby při ponoření evakuované baňky nedošlo k prudkému varu. Potom se nechá odpařit rozpouštědlo, případně se směs pouze zahustí na požadovaný objem. Po odpaření je třeba nejdříve baňku vysunout z lázně, zavzdušnit odparku otevřením pojistného kohoutu, zastavit rotaci a sundat baňku s produktem. Membránovou pumpu vypínejte až na úplný závěr, aby se případný kondenzát či agresivní plyny (NH_3, HCl apod.) z pumpy mezitím vypudily ven.

4.10 Krystalizace

Krystalizace je jednou z nejčastěji využívaných čistících operací v chemické laboratoři. Pokud rozpustíte znečištěnou pevnou látku ve vhodném rozpouštědle a pak snížíte její rozpustnost (např. změnou teploty apod.), vyloučí se látka s vyšší čistotou, než měla látka původní, a nečistoty zůstanou ve zbylém roztoku (tzv. *matečném louhu*). Krystalizace se nejčastěji provádí třemi dále popsanými způsoby, lišícími se metodou, kterou se dosahuje snížení rozpustnosti. Samozřejmě lze použít i kombinace popsaných metod.

4.10.1 Krystalizace srážením (změnou rozpouštědla)

Přidá-li se k roztoku určité látky v rozpouštědle, ve kterém je tato látka dobře rozpustná, jiné rozpouštědlo, které je s původním rozpouštědlem mísitelné, avšak daná látka se v něm nerozpouští, dojde ve výsledné rozpouštědlové směsi obvykle ke snížení rozpustnosti dané látky a jejímu vyloučení v podobě pevné fáze. V anorganické chemii se často používá směs vody (ve které je většina látek rozpustná) a vhodného organického rozpouštědla (ethanolu, acetonu, tetrahydrofuranu), které se za míchání přidává k vodnému roztoku srážené látky. V případě jednoduchých solí lze přidávat srážecí rozpouštědlo rychle, avšak v případě komplikovanějších produktů (kterými jsou např. různé komplexní sloučeniny, ale i podvojné soli nebo vyšší hydráty) se vyplatí nespěchat, srážedlo přidat do prvního zákalu, a směs v klidu nechat krystalovat, případně dosrážet další porcí rozpouštědla až po delším stání. Při příliš rychlém přidání velkého nadbytku srážedla totiž může dojít k vyloučení produktu ve formě oleje.

4.10.2 Krystalizace odpařením rozpouštědla

Další možností je krystalizace odpařením části rozpouštědla (*zahuštěním*). Pokud je rozpouštědlem voda, lze zahuštění realizovat např. na odpařovací misce zahřívané na vodní lázni, ale zahušťování roztoků v organických rozpouštědlech je nutné provádět ve speciálních aparaturách, buď oddestilováním v destilační aparatuře (viz **kapitola 4.14.1**) nebo (pohodlněji) zahuštěním na rotační vakuové odparce (viz **kapitoly 3.5.6** a **4.9**). Zahuštění pomocí odparky je velmi pohodlný a rychlý způsob, vhodný samozřejmě i pro vodné roztoky. Jak je patrné z principu krystalizace, při těchto operacích musí vždy zůstat čištěná látka ve styku s matečným roztokem – odpaření dosucha postrádá čistící efekt a navíc může vést k rozkladu produktu (např. ke ztrátě krystalové vody).

4.10.3 Krystalizace změnou teploty

Rozpustnost většiny látek v různých rozpouštědlech se mění s teplotou. Obvykle se zvyšuje (a to někdy velmi výrazně), i když někdy se rozpustnost se zvyšující se teplotou může snižovat. Toto anomální chování vykazují např. hydroxid vápenatý, octan vápenatý, chroman vápenatý, uhličitan lithný, síran lithný nebo fosforečnan zinečnatý.

Obvyklé teplotní závislosti rozpustnosti se využívá při krystalizaci snížením teploty horkého nasyceného roztoku. Pro zahřátí vodných roztoků lze použít Erlenmeyerovy baňky bez chladiče; pro snížení odparu vody je však vhodné při zahřívání do hrdla baňky vložit malou nálevku. Lze použít i kádinky; kádinku je vhodné při zahřívání přikrýt hodinovým sklem.
Při krystalizacích z organických rozpouštědel však musíte roztok krystalizované látky připravovat v baňce pod zpětným chladičem (zabrání se tak odpařování rozpouštědla do okolí). K látce s varnými kamínky (nebo s míchadlem) přidejte malé množství rozpouštědla (přes chladič) a směs za míchání zahřívejte. Při práci s hořlavými rozpouštědly používejte výhradně elektrické plotýnky nebo topné míchačky, vodu lze zahřívat i kahanem na síťce. Začne-li kapalina vřít a pevná látka se po promíchání směsi ještě zcela nerozpustí, přidejte další dávku rozpouštědla. Zahříváním a přidáváním rozpouštědla po malých částech se připraví téměř nasycený roztok při teplotě varu. Po případné filtraci (nejčastěji přes skládaný filtr nebo přes smotek vaty, viz **kapitola 4.12.1**) se ponechá horký filtrát buď chladnout volně v klidu – pak se jedná o *krystalizaci volnou*, nebo se filtrát rychle ochladí ponořením baňky s filtrátem do chladící lázně nebo pod proud studené vody v umyvadle (za míchání obsahem baňky krouživými pohyby) – pak se jedná o *krystalizaci rušenou*. Při pomalém chlazení a stání roztoku bez pohybu dojde k vyloučení látky v podobě větších krystalů; ty však mohou obsahovat dutiny, v nichž je uzavřen matečný louh s nečistotami. Naopak při rychlém ochlazení míchaného roztoku dojde k vyloučení látky v podobě malých krystalů, které bývají čistší, ale mají větší povrch, na kterém může být matečný louh adsorbován. Je tedy nutné je lépe promývat. Občas takto dojde k vyloučení látky v podobě velmi malých krystalků, které se jen obtížně filtrují.

4.11 Triturace

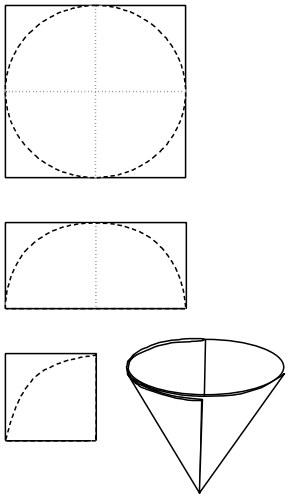
Při řadě preparací chemických sloučenin se používá technika *triturace*. To je proces, při kterém se budoucí pevná látka (z počátku nejčastěji žvýkačkovité nebo olejovité konzistence) roztírá s rozpouštědlem, ve kterém není rozpustná (a případné nečistoty optimálně ano). V praxi se k odparku produktu v baňce přidá malé množství rozpouštědla a obsah baňky se naškrábe a nadrolí kopistkou nebo zahnutou tyčinkou na prášek. Po odstranění prvního podílu matečného roztoku (kapátkem nebo opatrným odlitím) se přidá nová porce rozpouštědla a postup se opakuje, než je veškerý produkt převeden do podoby sypkého prášku.

4.12 Filtrace a odsávání

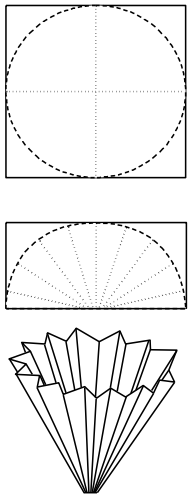
4.12.1 Filtrace

Oddělení nežádoucí pevné fáze od roztoku se provádí v závislosti na velikosti zrn pevné látky. Velká zrna lze odstranit i pouhou filtrací přes *smotek vaty*. Výhodou tohoto postupu je rychlost vlastní filtrace, při které nestihne dojít k přílišnému ochlazení a krystalizaci rozpuštěné látky v nálevce, jak se často stává při filtraci přes filtrační papír. Hodí se tedy k filtrování např. horkých nasycených roztoků. *Malý* smotek vaty (pouze takové velikosti, aby právě nepropadl stonkem nálevky, **Obr. 28**) se vloží do malé nálevky a filtrovaný roztok se přes něj prolije do nové nádoby (kádinky, reakční baňky, dělící nálevky apod.).
Jemné sraženiny, případně aktivní uhlí apod., je nutné filtrovat přes *filtrační papír*. Z archu filtračního papíru vystřihněte čtverec přiměřené velikosti a přeložte jej na čtvrtiny. Nůžkami zastřihněte jeho roh tak, abyste vytvořili z filtračního papíru kruh. Jednu vrstvu přeloženého papíru odtáhněte od ostatních – tím vytvoříte kužel, který vložte do nálevky a navlhčete (**Obr. 28**). Navlhčení se provádí proto, aby filtrační papír dobře přilnul ke stěnám nálevky – filtrace je pak urychlována vlivem kapilárních sil působícími mezi povrchem papíru a sklem nálevky. Je zřejmé, že pro tento typ filtrace nelze použít žebrované nálevky. Oproti tomu, když filtrujete roztok pro analytické účely (bez dalšího ředění na definovaný objem), je třeba

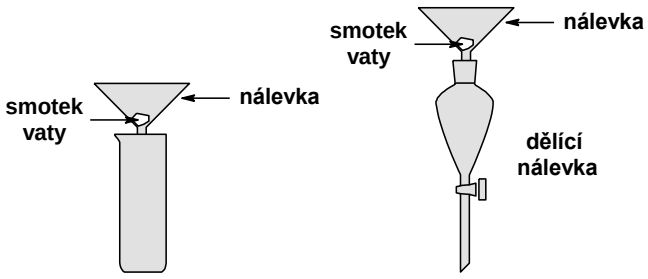
si uvědomit, že případné navlhčení papíru by mohlo zkreslit koncentraci filtrovaného roztoku, a v těchto případech filtrační papír samozřejmě nenavlhčujte. Podobně *nenavlhčujte papír před filtrací organických* (a s vodou nemísitelných) *fází*. V takových případech provádějte filtraci přes *skládaný filtrační papír*. Výhodou skládaného filtru je zachování celé plochy filtračního papíru pro filtraci (oproti „klasicky“ na čtvrtiny přeloženému kulatému filtru). Filtrace je tedy rychlejší a hodí se též pro práci s horkými nasycenými roztoky. Skládaný filtr se připraví následujícím způsobem: vystřižené kolečko filtračního papíru přeložte na polovinu a složte do harmoniky (**Obr. 28**).
Stonek nálevky vsuňte do filtrační předlohy (tak, aby se stonek nálevky dotýkal stěny filtrační předlohy a filtrát stékal po stěně bez rozstřikování kapek) a filtrovaný roztok opatrně nalijte na filtrační papír. Abyste filtrovanou kapalinu při nalévání „nerozbryndali“, nalévejte ji na filtrační papír pomocí tyčinky. Tyčinku přiložte k hubičce kádinky s filtrovanou suspenzí, a spodní část tyčinky držte nad filtračním papírem. *V žádném případě se filtračního papíru tyčinkou nedotýkejte* – navlhčený filtrační papír je totiž velmi málo mechanicky odolný a hrozí jeho protržení a znečištění filtrátu.



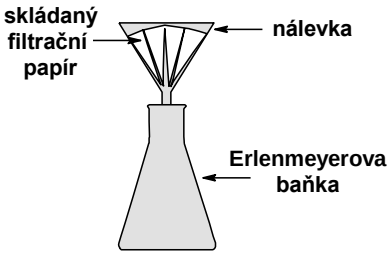
Příprava „klasického“ (hladkého) filtru



Příprava skládaného filtru



Filtrace přes smotek vaty



Filtrace přes filtrační papír

Obr. 28. Filtrace.

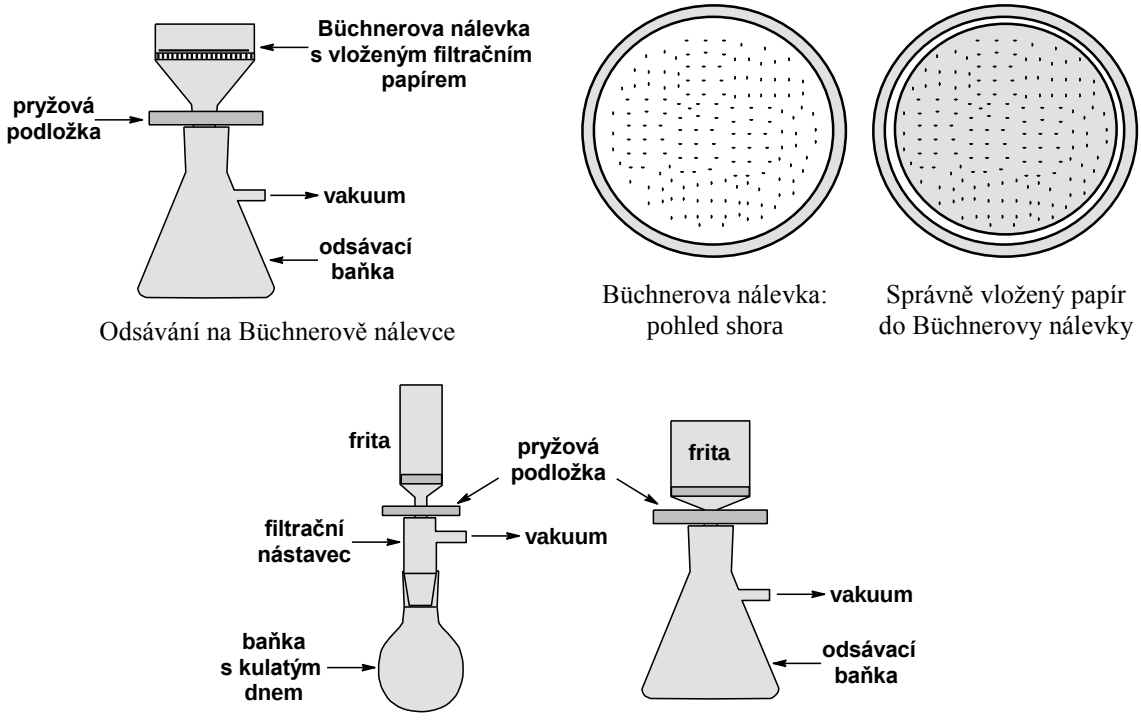
4.12.2 Odsávání na Büchnerově nebo Hirschově nálevce a na fritě

Pokud nám při dělení směsi pevné a kapalné fáze jde o pevnou složku, používá se zpravidla *odsátí přes filtrační papír na Büchnerově nebo Hirschově nálevce,* nebo *odsátí na fritě.* Tak se při chemické syntéze izoluje většina pevných produktů.
Při práci s Büchnerovou/Hirschovou nálevkou položte na její dno kruh filtračního papíru tak, aby překrýval všechny otvory a aby byl zároveň celou svojí plochou v kontaktu se dnem nálevky. Nesmí být ohnutý nahoru kolem stěny nálevky, protože v takovém případě vznikají

mezi papírem a stěnou kanálky, kterými prochází nasávaný vzduch a snižuje se tak účinnost filtrace, případně kudy může protékat i odsávaná suspenze. Je tedy nutné vystřihnout kolečko filtračního papíru přesné velikosti (**Obr. 29**). Odtékající kapalnou fázi jímejte při odsávání na Büchnerově/Hirschově nálevce do odsávací baňky. *Mezi Büchnerovu nálevku a odsávací baňku je třeba vložit gumové těsnění!*

Na podobném principu spočívá filtrace za sníženého tlaku na fritě. Ta se používá jak k izolaci pevných produktů, tak i k odstraňování mechanických nečistot z roztoku. Podle toho se používá k jímání filtrátu odsávací baňka, jde-li nám o odfiltrovanou pevnou fázi, nebo baňka s kulatým dnem, jde-li nám o filtrát (ten lze v takové baňce pohodlně dále zpracovávat, např. odpařit). Po sestavení aparatury (**Obr. 29**) se na fritu nalije směs pevné a kapalné fáze a aparatura se připojí k vakuové pumpě nebo vývěvě. Tento postup se nazývá „*ostré odsátí*“ a vede ke vzniku kompaktního filtračního koláče. Po odsátí se odpojí vakuum, na filtrační koláč se přilije předepsané promývací rozpouštědlo a filtrační koláč se v něm řádně rozmíchá tyčinkou nebo kopistkou. To lze na rozdíl od odsávání na Büchnerově nálevce udělat, protože frita je oproti filtračnímu papíru mechanicky odolná. Poté se znovu aplikuje vakuum a tento postup se podle potřeby opakuje. Při posledním odsávání lze filtrační koláč udusat hladkou plochou skleněné zátky – tím se docílí vymačkání zbytků kapalné fáze a urychlí se schnutí produktu.

Při odsávání jemných sraženin bývá výhodné nejprve nechat suspenzi produktu usadit a nejdříve nalít na fritu nebo Büchnerovu nálevku čirý matečný louh, a teprve po prosátí tohoto čirého roztoku (s minimálním podílem pevného produktu) odsát usazenou suspenzi produktu. Pokud se filtruje suspenze hned od začátku, dojde totiž ihned k zanesení frity (resp. filtračního papíru) a filtrace je zdlouhavá; uvedeným postupem se prosaje alespoň první (čirý) podíl relativně rychle. Proces odlití čirého roztoku nad usazenou sraženinou se označuje jako *dekantace*.



Odsávání na Büchnerově nálevce

Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku

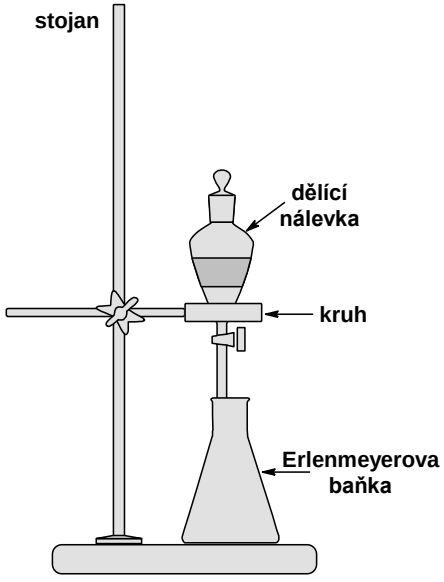
Obr. 29. Odsávání.

Z frity lze odsátý produkt (vzhledem k mechanické odolnosti frity) bez problémů vyškrabat

tyčinkou nebo kopistkou. Tento způsob však nelze použít pro izolaci produktu z Büchnerovy/Hirschovy nálevky, kde bychom produkt znečistili částečkami filtračního papíru. V těchto případech proto velmi opatrně pomocí pinzety zachyťte okraj filtračního papíru a plynulým tahem filtrační papír z nálevky vyklopte na připravené hodinové sklo nebo Petriho misku (produktem dolů). Filtrační papír dosušte přiložením (lehkým přitlačením) kousků filtračního papíru nebo buničiny a potom sloupněte. Produkt zůstane přilepen k hodinovému sklu (Petriho misce), na kterém jej dosušte v sušárně.

4.13 Dělení nemísitelných kapalin a extrakce

Dělení dvou *nemísitelných kapalin* o rozdílné hustotě se obvykle provádí pomocí dělící nálevky. Dělící nálevka s nalitou směsí se ponechá stát v klidu po dobu několika minut (k takovému odložení lze nejlépe využít kupříkladu filtrační kruh, **Obr. 30**), až se jednotlivé vrstvy gravitačně rozdělí podle své hustoty. Při odstavení dělící nálevky je třeba pod ni umístit nějakou nádobu, aby při náhodném protečení kohoutu nedošlo ke ztrátám roztoku (a znečištění pracovní plochy). Spodní vrstva se poté opatrně odpustí pomocí kohoutu tak, aby se kapalinové rozhraní právě zachytilo v jádře kohoutu. Horní fáze se poté vylije hrdlem, aby nedošlo k její kontaminaci spodní fází ulpěnou v kohoutu a v trubici pod ním.
Nemísitelnosti kapalin lze využít i v procesu označovaném jako *extrakce*. Extrakce je převedení látky (produktu) z pevné nebo kapalné směsi do vhodného rozpouštědla. Nejjednodušší technikou extrakce je *vytřepávání*. Provádí se nejčastěji ve směsi vody a vhodného s vodou nemísitelného organického rozpouštědla. Produkt rozpuštěný původně jen v jedné fázi přechází do druhé fáze až do ustavení rovnováhy. Při vytřepávání – tj. převodu rozpuštěné složky z jedné rozpouštědlové fáze do druhé – je nutné obě nemísitelné fáze promíchat, aby se zvětšil jejich vzájemný styčný povrch a extrakce probíhala rychleji. Proto je třeba dělící nálevku uzavřít těsnící zátkou a obsah dobře protřepat. Protože se však při extrakci někdy uvolňuje teplo (a používaná organická rozpouštědla bývají těkavá), dochází uvnitř dělící nálevky často ke vzrůstu tlaku. Při protřepávání je tudíž nutné držet dělící nálevku hrdlem dolů jednou rukou za hrdlo (a přidržovat zátku, aby nevypadla), a druhou rukou přidržovat kohout. Občas (zvláště z počátku extrakce po promíchání) je nutné otevřít kohout a ponechat vyrovnat tlak plynů uvnitř dělící nálevky s atmosférickým tlakem.



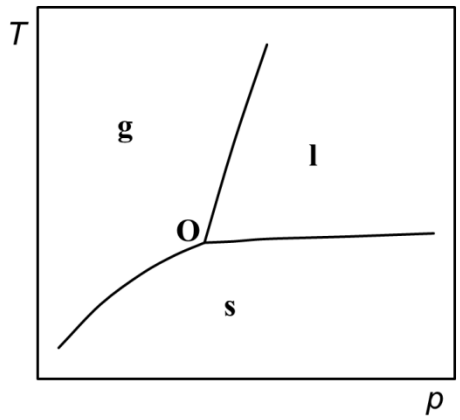
Obr. 30. Aparatura pro extrakci nebo separaci kapalných fází.

Je lépe vytřepávat několikrát malým množstvím rozpouštědla, než jednou velkým množstvím.

Účinnost opakovaného vytřepávání je totiž mnohem vyšší než účinnost jednoho vytřepávání sumárním množstvím rozpouštědla.
Několik praktických rad: procesu separace fází prospívá jemný krouživý pohyb dělící nálevky. Ten zároveň sklepává kapky těžší fáze ulpěné na stěnách. V některých případech lze využít i tzv. *vysolení* – pokud se do směsi přidá indiferentní sůl (NaCl, KCl apod.), dojde k jejímu rozpuštění ve vodné fázi. Tím se zvýší její hustota a vodná fáze se obvykle lépe odděluje od lehčí organické; navíc rozpuštění iontové soli ve vodné fázi zpravidla sníží rozpustnost nepolárních organických molekul i sklony organické fáze k emulgaci. Je zřejmé, že tento přístup lze využít zvláště při extrakci lehčí organické fáze vodou. Někdy jsou obě kapalné fáze tak velmi intenzivně zbarvené a tmavé, že nelze rozlišit jejich rozhraní. Snadnou pomocí bývá použití infralampy – v jejím světle se obvykle fázové rozhraní ukáže. Častou chybou, které se studenti dopouštějí, je pokus o vypouštění kapaliny z uzavřené dělící nálevky – po několika prvních mililitrech se proud kapaliny pochopitelně zastaví. Díky vzniklému podtlaku se pak dělící nálevka hůře otevírá.
Často je třeba izolovanou organickou fázi zbavit vlhkosti – *vysušit* (např. před destilací nebo odpařením). Provádí se to tak, že se do surové organické fáze přidá vhodné sušidlo (nejčastěji bezvodý síran sodný nebo hořečnatý) a kapalina se s ním ponechá ve styku, dokud sušidlo nezreaguje s vodou na hydrát a kapalná fáze se nevyjasní (nevyčeří). Sušení provádějte v uzavřených nádobkách, aby nedocházelo k pohlcování vzdušné vlhkosti do sušené organické fáze. Velmi vhodnými nádobami pro sušení organických fází jsou Erlenmeyerovy baňky. Sušidlo přidávejte po malých dávkách a krouživými pohyby baňkou míchejte. Zpočátku sušidlo padá rychle ke dnu, případně tvoří shluky nebo ulpívá na stěnách. Když je sušidla dostatek, při zamíchání se jeho částice rozvíří. K dostatečnému vysušení extraktu většinou stačí několik minut stání za občasného zvíření sušidla. Sušidlo poté odfiltrujte přes filtrační papír, nejlépe přes skládaný filtr. Ten v žádném případě *nenavlhčujte*!

4.14 Destilace

Významnou čisticí operací použitelnou pro těkavé kapalné látky je destilace. Principem destilace je převedení kapaliny v páru zahřátím, odvedení páry a její kondenzace. Při zahřívání těkavých kapalin se postupně zvyšuje parciální tlak par dané látky nad kapalinou, až dojde k jeho vyrovnání s okolním tlakem (nejčastěji atmosférickým) – kapalina začne vřít. Teplota varu tedy zjevně závisí na vnějším tlaku. To je vidět na *fázovém diagramu*, jehož typický tvar je na **Obr. 31**.



Obr. 31. Schéma stavového diagramu: **O**: trojný bod, **s**: pevná fáze, **l**: kapalná fáze, **g**: plynná fáze.

Křivky na fázovém diagramu určují, za jakých podmínek (tj. tlaku a teploty) jsou pro danou

látku v rovnováze dvě fáze; na grafu tedy tyto křivky oddělují existenční oblasti jednotlivých fází. Bod **O** se nazývá *trojný bod*. Je to bod, který udává, za jaké teploty a tlaku budou v rovnováze všechny tři fáze dané látky. *Teplotu varu* (tj. teplotu, při které je tlak páry nad kapalnou fází roven tlaku okolnímu) reprezentuje linie mezi sektory příslušejícími kapalné fázi (označené jako **l**) a plynné fázi (**g**). Při vyšším vnějším tlaku je vyšší teplota varu kapaliny – to je např. podstatou uzavřených tlakových hrnců na vaření. Naopak, při snížení vnějšího tlaku dojde k varu za nižší teploty. To se děje kupříkladu ve vysokohorských podmínkách – známý je fakt, že horolezci si vajíčka natvrdo ve vroucí vodě neuvaří (teplota varu vody v nadmořské výšce kolem 5000 m je zhruba 80 °C). Toho využívá *destilace za sníženého tlaku* (označovaná též latinským *in vacuo*), kdy lze aplikací vakua snížit teplotu varu destilované kapaliny až o několik desítek stupňů.

4.14.1 Prostá destilace za normálního nebo sníženého tlaku

Prostou (jednoduchou) destilací se míní uvedení kapaliny k varu, odvod její páry do sestupného chladiče a odkapání kondenzátu do jiné nádoby (předlohy). Touto metodou lze oddělit jednu kapalnou látku z roztoku s netěkavými (pevnými) látkami (např. oddestilování vody z roztoku solí), nebo i směs kapalných látek, jejichž teploty varu se výrazně liší a které netvoří azeotropickou směs (definice azeotropické směsi viz **kapitola 4.14.2**).

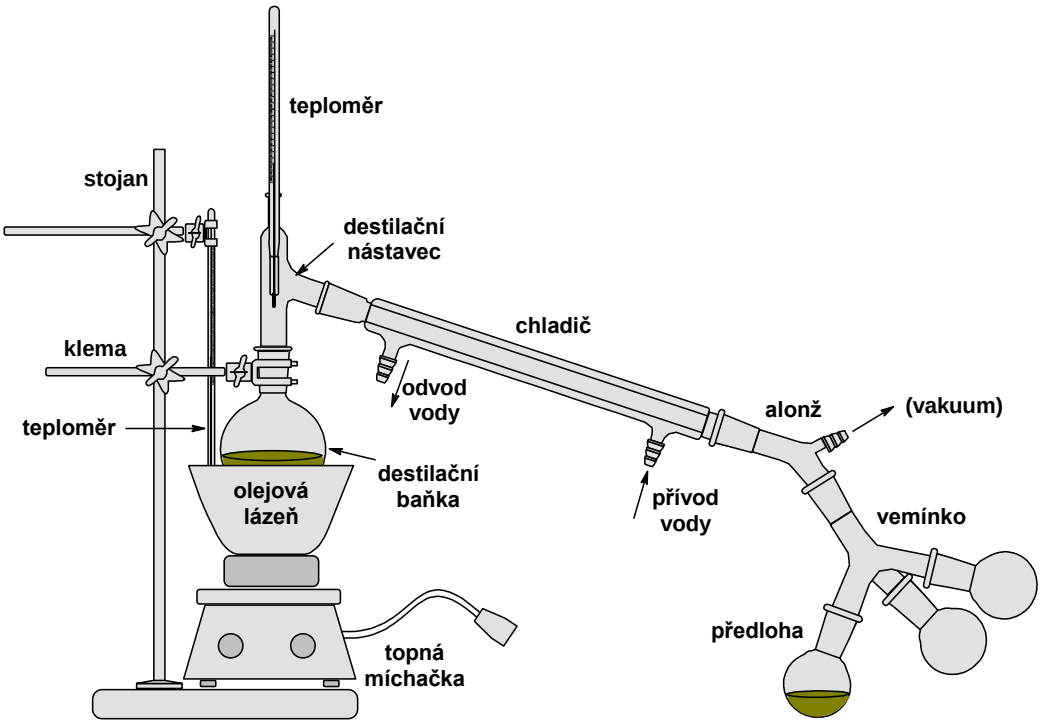
Destilaci lze provádět buď za atmosférického, nebo i za sníženého tlaku. Výhoda práce při sníženém tlaku je patrná z definice teploty varu i z **Obr. 31**, kde hranice polí **g** a **l** zobrazuje závislost teploty varu na tlaku. Snížení tlaku vede ke snížení teploty varu a za sníženého tlaku tak lze destilovat i látky, které by se při teplotě varu za normálního tlaku rozkládaly.

V současné době jsou nejběžnější aparatury sestavené ze zábrusových součástí (**Obr. 32**). Aparatura se skládá z destilační baňky, v níž kapalina vaří, destilačního nástavce, sestupného (rovného Liebigova) chladiče, alonže s olivkou a z baňky pro jímání destilátu. Celkem běžné je i použití speciálního chladiče, který v sobě integruje destilační nástavec (tzv. *Claisenův chladič*) nebo destilační nástavec i alonž. Výhodné je použití tzv. *vemínka*, které umožňuje pohodlnou výměnu destilačních předloh (baněk) bez nutnosti rozebírat aparaturu. To nalézá uplatnění zvláště při destilacích za sníženého tlaku. V případě dělení směsi kapalin lze účinnost separace významně zvýšit použitím destilační kolony (viz **kapitola 4.14.2**).

Baňka, v níž se vaří kapalina, je upevněna ve svislé poloze za plášť zábrusu v držáku na stojanu, chladič je uchycen cca v polovině jeho délky pomocí držáku na druhém stojanu. Chladič však nesmí být upevněn příliš těsně, protože by vlivem pnutí (roztahování a smršťování skla při zahřívání/chlazení) mohlo dojít k jeho rozlomení. Proto klema slouží spíše jako podpora, ve které je chladič položen. Baňku pro jímání destilátu pouze podkládejte pryžovou nebo korkovou podložkou, neupevňujte ji ani alonž do držáku (zde by bylo pnutí skla při neopatrné manipulaci značné). S výhodou lze pro podepření předlohy použít tlustý katalog chemikálií, který otevřete v patřičné tloušťce.

Přímý tubus destilačního nástavce musí být při destilaci pochopitelně uzavřen, buď zátkou (pokud pouze zahušťujete směs v destilační baňce, a nepotřebujete znát teplotu par destilující kapaliny), nebo vloženým zábrusovým teploměrem (ten je nezbytný ke kontrole teploty varu, pokud chcete destilovat čistou látku). Stonek teploměru musí být tak dlouhý, aby baničká se rtutí byla ve výšce vstupu par do chladiče.

Olivka na alonži slouží při destilaci za sníženého tlaku k připojení aparatury k vývěvě (nikdy ne přímo, vždy přes pojistnou láhev nebo alespoň trubici s kohoutem). Ale i při destilaci za normálního tlaku hraje olivka významnou roli – díky ní prostor uvnitř aparatury komunikuje s okolím, a dochází k vyrovnávání tlaku (zahříváním zcela utěsněné aparatury by totiž došlo k jejímu natlakování a explozi). V případech, kdy se třeba zabránit vstupu vzdušné vlhkosti do destilační aparatury (např. při destilaci sušených rozpouštědel), slouží olivka alonže k připojení sušící rourky.



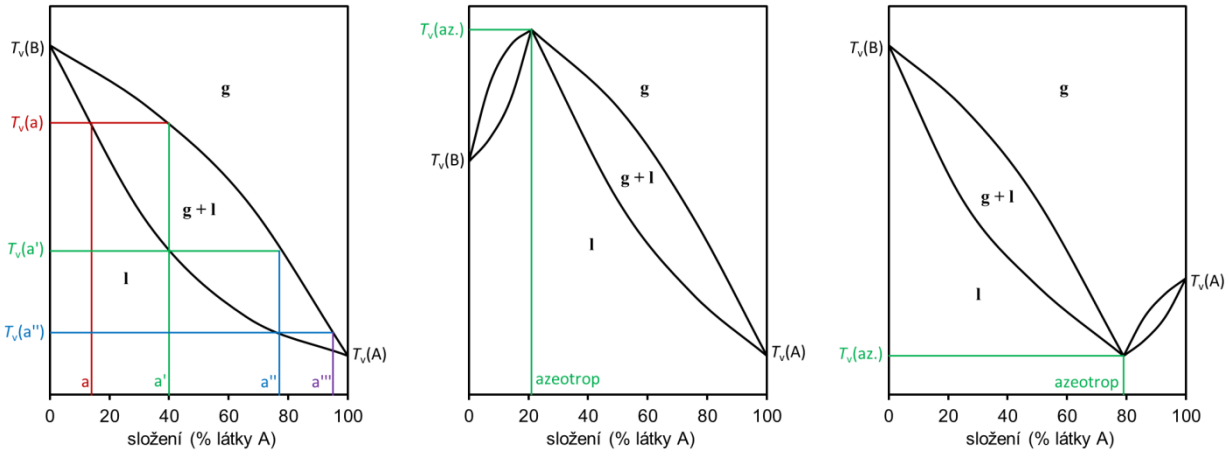
Obr. 32. Aparatura pro destilaci za normálního nebo sníženého tlaku.

Baňka, v níž se zahřívá kapalina, nesmí být naplněna více než ze dvou třetin. Při destilaci za atmosférického tlaku musí být v zahřívané kapalině varné kamínky nebo musí být obsah baňky dostatečně míchán na magnetické míchačce. Při destilacích za sníženého tlaku je použití magnetických míchadel nezbytností – zde není jiná možnost, jak zamezit utajenému varu, v evakuované aparatuře totiž varné kamínky ze zřejmých důvodů nefungují. Dříve se zajišťoval pravidelný var při destilaci za sníženého tlaku pomocí přívodu vzduchu/inertního plynu pod hladinu destilované látky pomocí kapiláry, nicméně od této praxe je upouštěno.
Při zahřívání v lázni bývá vhodné ponořit baňku co nejhlouběji, aby páry destilované látky kondenzovaly až v chladiči, a ne už na chladnějších stěnách baňky nad úrovní lázně.
Pokud je zahřívání při destilaci prováděno v topném hnízdě, nesmí se kapalina oddestilovat dosucha – hrozí pak nebezpečí bodového přehřátí a prasknutí baňky. V případě zahřívání v olejové lázni je toto nebezpečí eliminováno. Je třeba však brát v úvahu i charakter destilované kapaliny a případného destilačního zbytku – pokud se oddestilovává např. bezvodé rozpouštědlo ze směsi rozpouštědla se sušící chemikálií (např. Na, CaH_2 apod.), nesmí se v žádném případě destilovat dosucha, ale v baňce musí zbýt takové množství rozpouštědla, které bezpečně pokryje použité sušidlo. Zvláštní nebezpečí hrozí při destilaci etherů, ve kterých mohou být přítomné organické peroxidy, které mohou při vysušení a zahřátí explodovat.
Při provádění destilace za sníženého tlaku je nutné měřit tlak uvnitř aparatury připojeným manometrem. Též je nutné velmi pečlivě prohlédnout používané laboratorní sklo, zda v něm nejsou prasklinky. *Kvůli riziku imploze je nutné během práce s evakuovanou aparaturou mít stále nasazený ochranný štít.*

4.14.2 Rektifikace

Nejčastější závislost teploty varu a složení plynné fáze na složení fáze kapalné při varu směsi dvou mísitelných kapalin A a B vyjadřuje diagram uvedený na **Obr. 33a**. Průběh těchto závislostí vyplývá z fyzikální chemie a jeho odvození je mimo rámec tohoto kurzu. Horní křivka na obrázku zobrazuje rovnovážné složení páry, dolní křivka znázorňuje složení

kapalné fáze. Skutečnost, že tyto křivky nejsou identické, umožňuje dělení kapalných složek homogenní směsi destilací (ze zjevných důvodů lze rozdělit pouze takové směsi, ve kterých se složení par při teplotě varu liší od složení vroucí kapaliny).



a) Dělení kapalin A a B při opakované destilaci

b) Azeotropická směs v systému A+B s nejvyšší teplotou varu

c) Azeotropická směs v systému A+B s nejnižší teplotou varu

Obr. 33. Výklad k rektifikaci: **l**: kapalná fáze, **g**: plynná fáze.

Uvedený tvar závislosti složení plynné a kapalné fáze je nejobvyklejší, ne však jediný možný. Alternativou je *azeotrop*, kdy je při určitém složení směsi A+B složení plynné a kapalné fáze identické. Taková směs má teplotu varu buď vyšší než výše vroucí složka (azeotropická směs s maximální teplotou varu), nebo nižší než níže vroucí složka (azeotropická směs s minimální teplotou varu). Tento fakt se ve fázovém diagramu projeví dotykem křivek určujících složení kapalné a plynné fáze nad (resp. pod) teplotou varu jednotlivých složek. Tvar příslušných diagramů je pro dvousložkový systém A+B znázorněn na **Obr. 33b,c**.

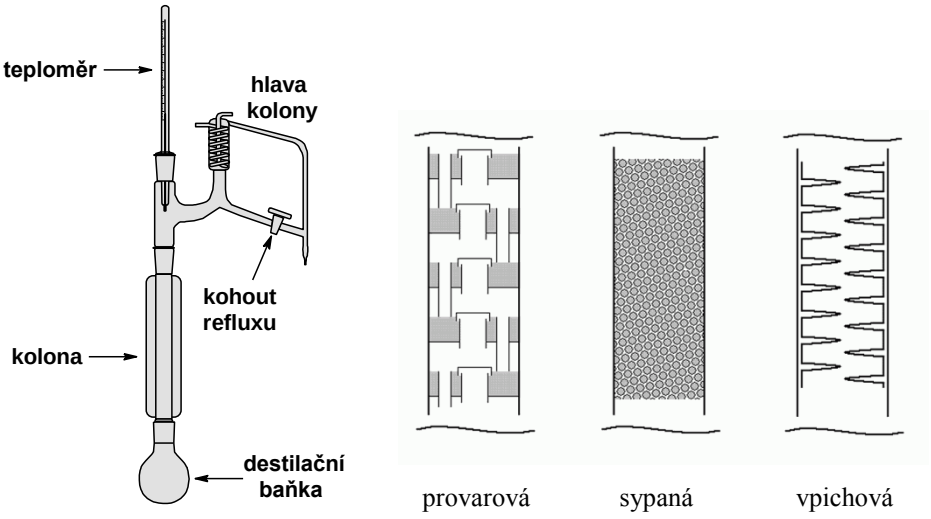
Zpět ale k nejobvyklejšímu případu z **Obr. 33a**. Složka A s nižší teplotou varu (těkavější složka) má v páře vyšší koncentraci než v kapalině, a koncentrace složky B s vyšší teplotou varu je v páře nižší než v kapalině. Obsahuje-li výchozí kapalná směs a % těkavější (níževroucí) složky A, bude tato směs vřít při teplotě $T_v(a)$ a vznikající pára i z ní vzniklý kondenzát bude mít vyšší obsah složky A, totiž a' %. Zahřeje-li se tento kondenzát k varu, bude vřít při teplotě $T_v(a')$, a v parách a dalším kondenzátu bude opět vyšší obsah složky A, totiž a'' %. Destilát třetí destilace o teplotě varu $T_v(a'')$ je pak ještě bohatší na složku A, které obsahuje a'''%. Je patrné, že při nekonečném množství takovýchto opakování bychom došli k destilátu obsahujícímu čistou složku A.

V praxi se k přiblížení výše popsanému stavu používá *rektifikace* (někdy označované jako tzv. *frakční destilace*), viz **Obr. 34**.

Při tomto postupu jsou jednotlivé „destilační stupně“ v současné rovnováze, která se ustavuje v zařízení nazývaném jako *rektifikační kolona*. Jedná se o tepelně izolovanou trubici, ve které je nad sebou určitý počet *pater* vzájemně propojených trubicemi, kterými stoupá nahoru pára a stéká dolů kondenzát. Stoupající pára zahřívá kondenzát ve vyšších patrech a odpařuje z něj těkavější složku, která putuje dále nahoru. Naopak kapalná fáze zkondenzovaná v nižších patrech je obohacená o výševroucí složku. Nad kolonou je umístěna *hlava kolony*. Ta sestává z chladiče, ve kterém dochází k úplné kondenzaci par. S chladičem je spojen kohout, který umožňuje jistou část kondenzátu odvádět do předlohy, a zbytek vracet zpět do kolony. Označuje se jako *kohout refluxu* a relativní množství kapalné fáze vracené zpět se označuje jako *refluxní poměr*.

Kromě výše popsané patrové (*provarové*) kolony se v praxi používají jako kolony častěji trubice, které mají značný vnitřní povrch. Nejjednodušším případem jsou kolony *sypané*

(s nejrůznější náplní, např. se skleněnými kuličkami, porcelánovými korálky apod.) nebo kolony *vpichové* (jejich vnitřní povrch je zvětšený vpichy ve skle). Schematické znázornění jednotlivých typů kolon viz **Obr. 34**.

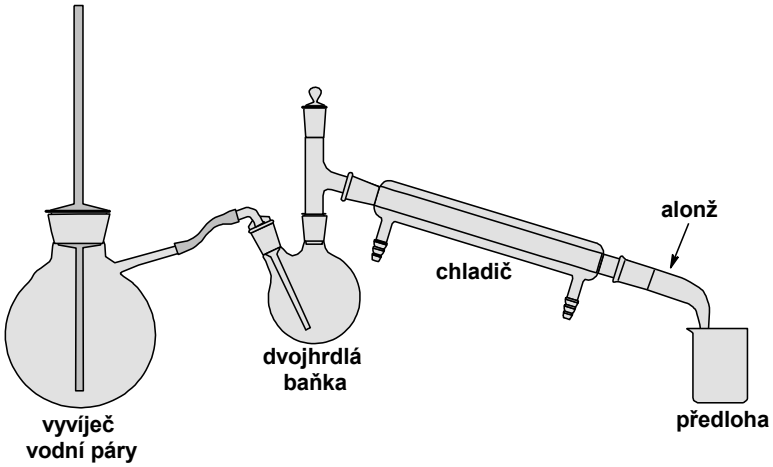


Destilační aparatura pro rektifikaci Znázornění vnitřku rektifikačních kolon

Obr. 34. Rektifikace.

4.14.3 Destilace s vodní parou

Podle *Daltonova zákona* (jehož odvození je předmětem fyzikální chemie a mimo rámec tohoto kurzu) je rovnovážný tlak par nad směsí dvou nemísitelných kapalin roven součtu rovnovážných tlaků par nad izolovanými fázemi. Důsledkem toho je teplota varu směsi (tj. teplota, při které se tlak par rovná tlaku okolnímu) nižší než je teplota varu čisté níževroucí složky. Látková množství složek v páře jsou v poměru jejich parciálních tlaků. Tohoto jevu se využívá při *destilaci s vodní parou* (též *přehánění vodní parou*), sloužící většinou k čištění organických látek s vysokou teplotou varu za normálního tlaku (až 300 °C), které nejsou mísitelné s vodou. Tato operace se provádí tak, že se ke dnu destilační baňky se směsí surové látky s vodou trubicí přivádí vodní pára (viz **Obr. 35**).



Obr. 35. Aparatura pro destilaci s vodní parou.

K vyvíjení vodní páry slouží předřazená vícehrdlá baňka nebo baňka s bočním vývodem. Jedním hrdlem vyvíječe prochází pojistná trubice (přímá trubice délky alespoň 80 cm), jejíž

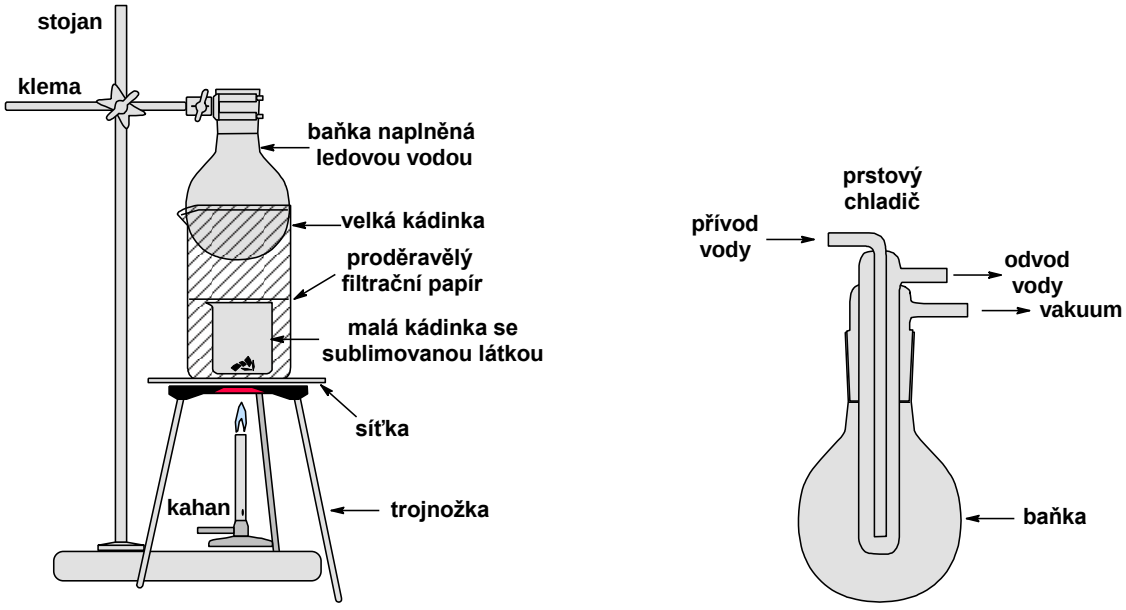
dolní konec je těsně nad dnem vyvíječe, druhým je pomocí krátké hadičky vedena vznikající pára do baňky s destilovanou látkou. Vedení páry z vyvíječe musí být co nejkratší kvůli omezení ztráty tepla. Pára vytvořená varem vody ve vyvíječi ohřívá a současně promíchává obsah destilační baňky, a unáší páru destilované látky do chladiče. Varné kamínky musí být ve vyvíječi páry, ne však v destilační bańce. Aby příliš nepřibývalo vody v destilační bańce (kondenzací přivedené vodní páry), je nutné její obsah přiměřeně zahřívat. Destiluje se tak dlouho, dokud je destilát heterogenní (tj. obsahuje dvě kapalné fáze). To lze snadno zjistit odebráním vzorku destilátu do malé zkumavky.

4.15 Sublimace

Sublimace je přímý přechod látky ze skupenství pevného do plynného. Dojde k ní, jestliže tenze par nad pevnou látkou dosáhne hodnoty vnějšího tlaku při teplotě nižší, než je teplota tání této látky. Tato teplota se pak nazývá sublimační bod, T_s.

Sublimovat teoreticky může za vhodných podmínek většina pevných látek. Tyto podmínky lze vyčíst ze stavového diagramu dané látky. Typický fázový diagram je znázorněn na **Obr. 31** (viz **kapitola 4.14**, kde je také jeho popis). Pro sublimaci je důležitá křivka oddělující pole existence pevné (**s**) a plynné (**g**) fáze a poloha trojného bodu **O**. U většiny látek se trojný bod objevuje při nižším tlaku, než je tlak atmosférický. To znamená, že za běžných laboratorních podmínek takové látky nesublimují. U některých látek (např. jódu, chloridu amonného, kyseliny salicylové, naftalenu aj.) je trojný bod a tím i část křivky zobrazující rovnováhu mezi plynnou a pevnou fází posunut do oblasti vyššího tlaku a teploty. Sublimačního bodu takových látek pak lze dosáhnout i zahříváním za normálního (atmosférického) tlaku. Sublimaci lze s výhodou využít k čištění takových látek.

Z **Obr. 31** je též patrné, že snížením tlaku lze dosáhnout snížení teploty sublimace. Proto je vhodné některé látky čistit i sublimací ve vakuu.



Obr. 36. Aparatury pro sublimaci. Vlevo: jednoduchá sublimace se sběrem produktu z vnějšího povrchu studené baňky. Vpravo: sublimace s aktivním vodním chlazením a možností používat vakuum.

Nejjednodušší zařízení pro sublimaci malých množství látek za normálního tlaku lze sestavit ze dvou hodinových skel. Na spodní sklo se vloží látka určená k sublimaci. Poté se hodinové sklo překryje proděravěným filtračním papírem (ten bude bránit padání přesublimovaného produktu zpět), a konkávně se přiklopí druhým sklem, na kterém se bude přesublimovaný

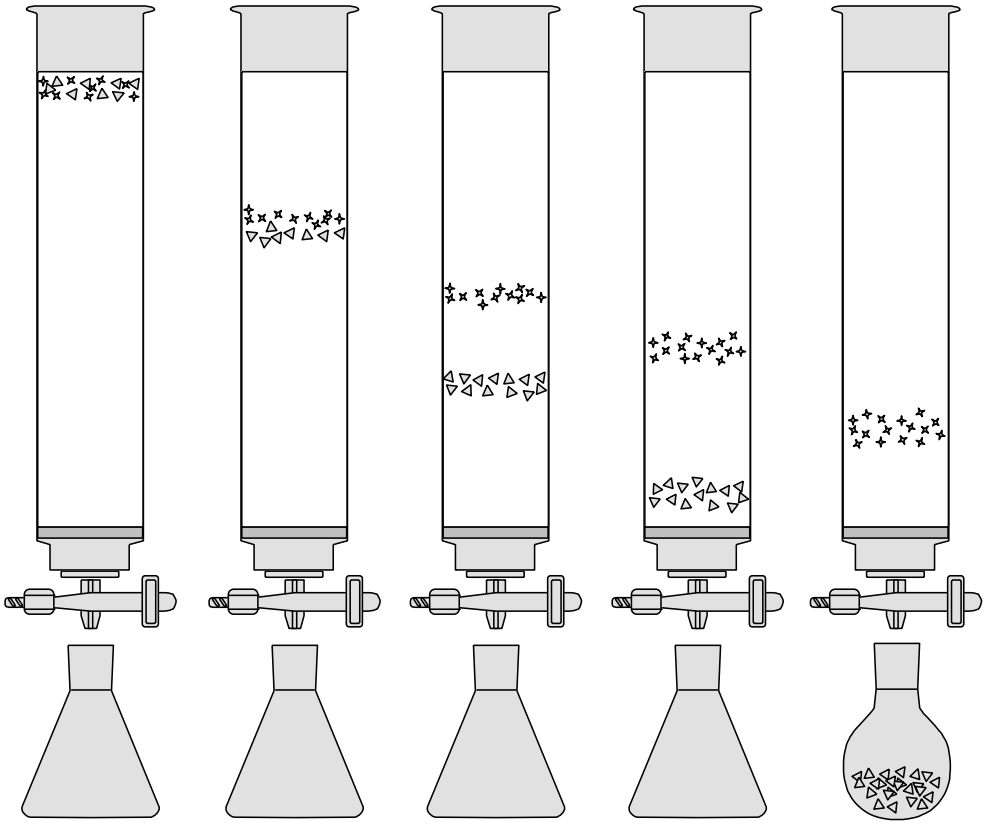
produkt usazovat. Spodní sklo se poté opatrně zahřívá, a horní sklo lze chladit, např. útržky filtračního papíru navlhčenými studenou vodou. Sublimace většího množství lze realizovat s využitím kádinky, do které je vložena baňka s ledovou vodou, jak je ukázáno na **Obr. 36**.
Speciální sublimační aparatura sestává ze širokohrdlé sublimační baňky s kulatým dnem, do které zasahuje vodní chladič (*chladící prst*), viz **Obr. 36**. Kontakt chladícího prstu s baňkou je realizován pomocí zábrusu s boční trubicí, umožňující případnou aplikaci vakua, ale spoj může být utěsněný též gumovou nebo korkovou zátkou. Aparaturu je třeba zahřívat jen mírně. Páry nasublimované látky se ochlazují na povrchu chladiče, odkud je nutné usazený pevný produkt postupně odebírat.

4.16 Chromatografie

Směsi produktů chemických reakcí se v syntetické praxi často dělí (separují) různými *chromatografickými metodami*. Chromatografie též slouží ke kontrole čistoty připravovaných nebo izolovaných látek. Chromatografické metody jsou založeny na nestejnoměrném rozdělování složek směsi mezi stacionární (nepohyblivou) a mobilní (pohyblivou) fázi.

4.16.1 Sloupcová chromatografie

U nejběžnější adsorpční chromatografie ve sloupcovém uspořádání je studovaný vzorek nanesen na sloupec *stacionární fáze* (*sorbentu*; nejčastěji se jedná o silikagel nebo oxid hlinitý, ale používá se např. i mikrokrystalická celulosa) a vymýván *mobilní fází* (*eluentem*; tím je vhodné rozpouštědlo či směs rozpouštědel). Pokud je studovaným vzorkem směs látek, a tyto mají různou afinitu k sorbentu v koloně a k mobilní fázi, putují jednotlivé složky kolonou různě rychle a dochází k jejich vzájemnému rozdělování.



Obr. 37. Schematické naznačení průběhu chromatografické separace.

Na **Obr. 37** je schematické znázornění průběhu chromatografie – počáteční směs dvou látek

A (trojúhelníčky) a B (křížky) je nalita na kolonu se sorbentem. Dalším promýváním kolony mobilní fází dojde k jejich separaci – látka A má nižší afinitu k stacionární fázi než látka B, proto protéká kolonou rychleji, zatímco postup látky B kolonou je zbrzděn. Po určité době promývání putují obě látky samostatně v oddělených zónách.

4.16.2 Chromatografie na tenké vrstvě

Instrumentálně jednodušším provedením je *tenkovrstevná chromatografie* (TLC, thin-layer chromatography). Vrstva stacionární fáze (sorbentu) je nalepena (dextranem, sádrou atd.) na pevné nesavé podložce, například na hliníkové (nejčastější) nebo umělohmotné fólii, popř. na skleněné desce. Jako sorbent se používá nejčastěji silikagel, méně často oxid hlinitý nebo mikrokrystalická celulóza.

Chromatografické destičky se stříhají z velkých komerčních desek nůžkami jako obdélníčky o délce ve směru vzlínání eluentu cca 6–10 cm, a jejich šířka se volí podle počtu vzorků, které je třeba na chromatografickou destičku nanést. Vzorek se nanese v podobě malé kapky na *start* na spodní části destičky. Start je vhodné označit tužkou ve vzdálenosti cca 10 mm od dolního okraje destičky; tužkou označujte i body, na které budete nanášet vzorky. Vhodná vzdálenost mezi těmito body nebo krajních bodů od bočního okraje destičky je cca 7–10 mm.

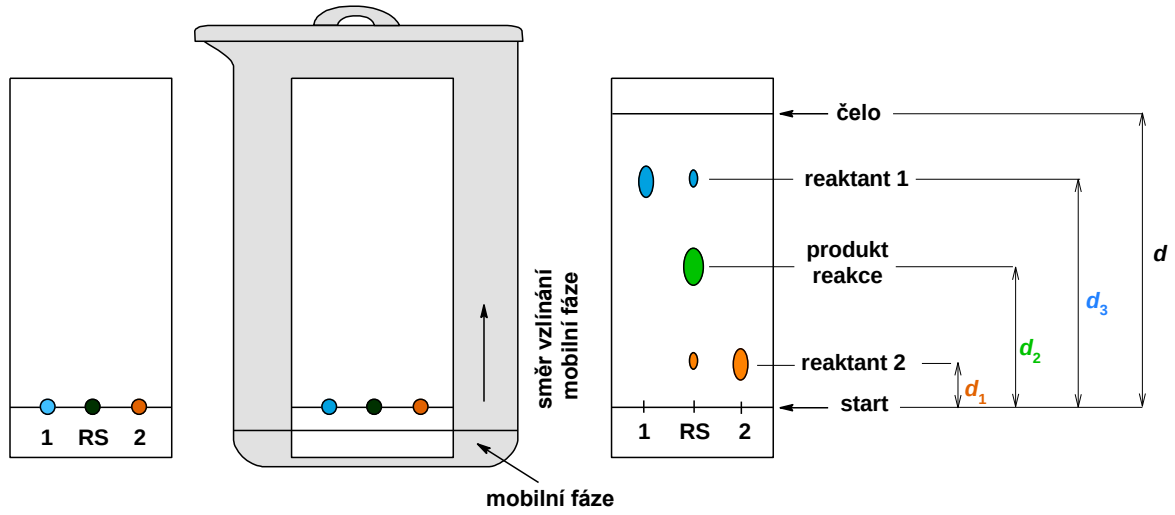
Látky je vhodné nanášet jako roztok v těkavém rozpouštědle, aby nanesená kapka rychle uschla. K nanášení lze použít skleněných kapilár nebo plastových špiček. Plastové špičky mají oproti kapilárám tu výhodu, že nemají ostré hrany a nebezpečí poškození tenké vrstvy sorbentu při nanášení kapek vzorku je tudíž menší. Roztok do kapiláry nabírejte pouhým ponořením jejího konce pod hladinu. Kapilárou s roztokem se zlehka na okamžik dotkněte vrstvy sorbentu v příslušném bodě. Dbejte, aby průměr skvrny vytvořené roztokem na chromatografické vrstvě byl maximálně 5 mm. Pokud je nanášený roztok málo koncentrovaný, lze nanášení opakovat. Před každým novým nanesením roztoku je však nutné počkat, až se odpaří rozpouštědlo z předchozí dávky.

Destičku umístěte ve svislé poloze do *vyvíjecí komůrky* (*cely*) s nalitou ≈5 mm vysokou vrstvou mobilní fáze. *Vrstva mobilní fáze musí být pod úrovní „startu“, jinak dojde k vymytí vzorku do mobilní fáze.* Vyvíjecí celu lze improvizovat např. kádinkou přikrytou Petriho miskou. Před vyvíjením musí být z destičky dokonale odpařeno rozpouštědlo použité k nanesení chromatografované látky. Při vyvíjení chromatogramu je důležité zakrytí vyvíječe, aby nedocházelo k odpařování eluentu z tenké vrstvy a ke změně složení mobilní fáze. Eluent vzlíná vzhůru a unáší a rozděluje vzorek. Po vyvzlínání až téměř do konce destičku vyjměte a mobilní fázi ponechejte odpařit (odpaření lze urychlit mírným zahřátím, například nad horkovzdušnou pistolí). Hranice vyvzlínání mobilní fáze se nazývá *čelo* a značte ji přímo na destičce tužkou (stejně jako start a místa nanesení vzorků), viz **Obr. 38**.

Během vzlínání se jednotlivé složky obsažené ve vzorku rozdělí podle své afinity k povrchu sorbentu a k mobilní fázi – tj. na TLC destičce doputují různě vysoko. Relativní vzdálenost skvrny od startu v porovnání se vzdáleností čela od startu je pro danou látku (v dané soustavě a na daném sorbentu) charakteristická a označuje se jako *retenční faktor*, R_F, někdy označovaný též jako *faktor retardační*. Pro látky putující s čelem má tedy retenční faktor hodnotu 1, pro látky setrvávající na startu má naopak hodnotu 0. Pro příklad uvedený na **Obr. 38** tedy platí, že R_f(reaktant 1) = d_3 / d, R_f(reaktant 2) = d_1 / d a R_f(produkt) = d_2 / d.

Pokud chromatografujete látky, které absorbují světlo ve viditelné oblasti, projeví se na destičce barevnými skvrnami. Většina chromatografovaných látek ale není barevná, proto je třeba jejich skvrnu na destičce nějakým způsobem *zviditelnit* (*detekovat*). K tomu slouží nejrůznější postupy a triky, používané podle chemického charakteru dělené látky. Chromatografii látek, které pohlcují ultrafialové záření, je výhodné provádět na tenkých vrstvách obsahujících fluorescenční indikátor (tzv. luminofor, tj. látku, která pohlcuje UV záření a přijatou energii vyzařuje v podobě viditelného světla), který se nevymývá eluentem.

Při ozařování chromatogramu UV-lampou přítomná látka pohlcující UV záření narušuje fluorescenci indikátoru a projeví se tmavou skvrnou, kterou obkreslete tužkou. Látky, které samy fluoreskují, lze detekovat jako svítící skvrny na vrstvách bez luminoforu. Nejčastěji používaným chemickým detekčním činidlem je jód, který zviditelní většinu organických látek. Destičku vložte na několik desítek sekund do nádoby s jódem. Jódové páry se adsorbují na povrchu organických látek a tím se vytváří viditelné skvrny. Obecným detekčním činidlem pro většinu organických látek je kyselina sírová. Destička se postříká roztokem H_2SO_4, jejímž působením po zahřátí dojde k zuhelnatění míst, kde se nachází rozdělené látky. Tato detekce však nelze ze zřejmých důvodů použít na destičkách s organickým sorbentem (celulózou) nebo lepených organickým pojivem (dextranem). V případě, že detekované látky obsahují aminoskupiny, lze použít k detekci roztok ninhydrinu.



Sledování modelové reakční směsi (RS): reaktant 1 + reaktant 2 ⟶ produkt

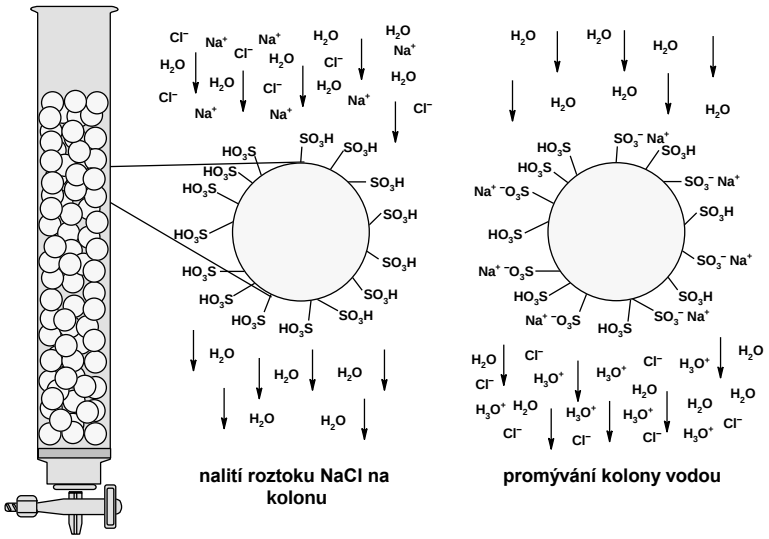
Obr. 38. Provedení chromatografie na destičce.

Počet skvrn na chromatogramu, které se vytvoří z jednoho vzorku látky, může odpovídat počtu sloučenin obsažených v látce, ale může být i menší, neboť některé sloučeniny se za daných podmínek chromatograficky nerozdělí. Pokud jsou skvrny špatně patrné (nezřetelné), je třeba chromatografii opakovat s vyšší koncentrací látky. Naopak příliš velká koncentrace látky je příčinou vzniku protáhlé skvrny (chvostu) a špatného rozlišení jednotlivých skvrn.

4.16.3 Chromatografie na iontoměničích

K separaci iontových látek lze využít *iontoměničové pryskyřice* (*ionexy*). Jedná se o kopolymery inertního monomeru (např. styrenu) s monomerními jednotkami nesoucími polární substituent (kyselý, např. $–CO_2H$, $–SO_3H$; nebo bazický, např. –pyridyl, $–NR_2$, $–NR_3^+$). Výsledná polymerní pryskyřice se pak používá nejčastěji v podobě sloupcových náplní v kolonách. Polymer s kyselými substituenty pak z prolévaného roztoku zachycuje kationty (jedná se o *kationtový iontoměnič*, laboratorním slangem označovaný jako *katex*), polymer nesoucí bazické skupiny na sebe poutá anionty (jedná se o *aniontový iontoměnič*, tzv. *anex*). Podle kyselosti/bazicity použitých polárních funkcí lze rozlišit *katexy silné* ($–SO_3H$) a *slabé* ($–CO_2H$), stejně jako *anexy silné* ($–NR_3^+$) a *slabé* (–pyridyl, $–NR_2$). Funkce iontoměniče je schematicky znázorněna na příkladu rozdělení iontů chloridu sodného pomocí silného katexu. Po nalití roztoku NaCl na silný katex dojde ke zneutralizování silné sulfonové kyseliny vázané na pryskyřici a uvolnění kyseliny chlorovodíkové, která je eluována (vymývána) vodou z kolony (**Obr. 39**).

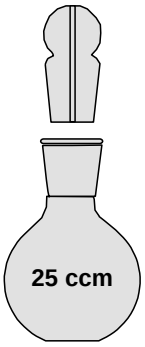
Regenerace iontoměničů se provádí proléváním velkého nadbytku silné kyseliny (nejčastěji zředěné kyseliny chlorovodíkové) a vymytím vodou do neutrality vytékajícího eluátu. Kationtové iontoměniče se tak převedou do H^+-cyklu (jsou ve své kyselé podobě), aniontové iontoměniče se převedou do Cl^--cyklu, ve kterém se také nejčastěji skladují (do podoby volných bází – tj. OH^--cyklu – je lze převést prolitím roztokem hydroxidu, v této podobě však anexy při dlouhodobém stání degradují).
Při delším skladování iontoměniče nesmí být hladina kapaliny v koloně pod úrovní ionexové náplně – *zrna iontoměniče nesmějí být dlouhodobě na vzduchu*, protože při vyschnutí by došlo k popraskání nabobtnaného polymeru a destrukci jednotlivých zrníček.



Obr. 39. Schéma dělení iontů v roztoku chloridu sodného na silně kyselém kationtovém iontoměniči.

4.17 Stanovení hustoty

K měření hustoty kapaliny se v praxi používají speciální nádobky přesně definovaného objemu – *pyknometry* (**Obr. 40**).



Obr. 40. Pyknometr.

Ty se naplní studovanou kapalinou a po zazátkování vrtanou zátkou se přebytečná (vytlačená) kapalina otře. Tím je objem uzavřené kapaliny velmi přesně definován. Poté se pyknometr s kapalinou zváží a odečtením hmotnosti prázdného pyknometru se získá hmotnost uzavřené kapaliny. Zvážením kapaliny o známé hustotě (nejčastěji vody) lze pak vypočítat přesný objem pyknometru:

$$V = \frac{m_{\text{voda}}}{\rho_{\text{voda}}},$$

a následně vypočítat hustotu studovaného vzorku:

$$\rho_{\text{vzorek}} = \frac{m_{\text{vzorek}}}{V}.$$

Typickou jednotkou, ve které se hustota udává, je g·cm^{-3}.

Pomocí pyknometrů lze poměrně snadno zjistit i hustotu pevných látek. Zvážením pyknometru s pevnou látkou lze snadno zjistit hmotnost pevného vzorku, a z rozdílu hmotností pyknometru naplněného vhodnou (uzavírací) kapalinou, pyknometru s pevným vzorkem doplněného danou uzavírací kapalinou a pyknometru s pevným vzorkem lze zjistit (se znalostí hustoty uzavírací kapaliny) i objem pevné fáze. Tato technika je však mimo rámec tohoto kurzu, vnímavý čtenář však patřičný postup výpočtu jistě snadno odvodí sám.

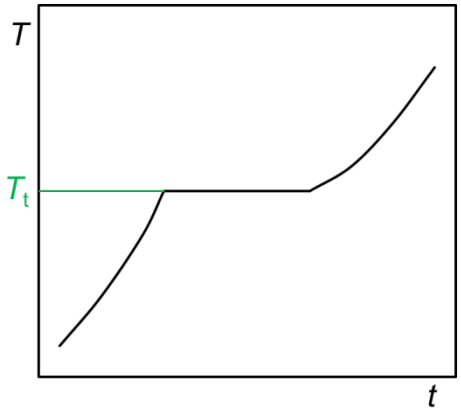
4.18 Stanovení teploty tání

Teplota tání je definována jako teplota, při které jsou v rovnováze pevné a kapalné skupenství dané látky. Na **Obr. 31** (viz **kapitola 4.14**) je závislost teplot tání na tlaku zobrazena křivkou oddělující oblasti pevné (**s**) a kapalné (**l**) fáze. Je patrné, že teplota tání na rozdíl od teploty varu či sublimace závisí na tlaku jen málo.

Teplota tání změřená za laboratorního tlaku je důležitou fyzikální konstantou každé látky. Zejména u organických sloučenin slouží porovnání naměřené teploty tání s tabelovanou hodnotou k rychlé orientační identifikaci např. vypreparovaných sloučenin. Hodnota teploty tání je také velmi citlivá na čistotu studovaného materiálu. Přítomnost příměsí teplotu tání proti tabelované hodnotě zpravidla významně snižuje.

Na **Obr. 41** je schematicky znázorněna časová závislost teploty látky při jejím zahřívání. Na počátku teplota plynule vzrůstá až k dosažení teploty tání T_t. Při této teplotě se dodaná energie spotřebovává na přeměnu skupenství a teplota zůstane konstantní tak dlouho, pokud je ve vzorku přítomna nějaká rovnovážná pevná fáze. Teprve když je všechna pevná fáze přeměněna v kapalinu, začne teplota opět vzrůstat, jak se zahřívá kapalina.

Právě popsaným měřením časové závislosti teploty vzorku bychom mohli určit teplotu tání velmi přesně a skutečně se postupů odvozených z této myšlenky používá při studiu fázových diagramů složitějších systémů. Tyto metody však mají řadu technických nevýhod a potřebují značná množství vzorků. Proto se pro běžná stanovení teploty tání užívá jiného postupu. Malý vzorek látky, v praxi malé množství látky napěchované (zhutněné) ve skleněné tenkostěnné kapiláře, umístěte do bodotávku. Poté současně sledujte teplotní průběh na displeji bodotávku (viz **kapitola 3.5.7**) a pozorujte látku. Jako teplota tání se označí teplota, při níž se objeví kapalná fáze, případně rozsah teplot, mezi kterými vzorek látky zcela roztaje (tj. od prvního jihnutí krystalů do vzniku homogenní kapaliny).



Obr. 41. Závislosti teploty vzorku (T) na čase (t) při jeho zahřívání. Bod T_t označuje teplotu tání.

4.19 Stanovení indexu lomu

Důležitou a charakteristickou vlastností kapalin (a optických prostředí obecně) je index lomu, n. Jedná se o poměr rychlosti šíření světla ve vakuu (c = 299792458 m·s^{-1}) a rychlosti světla v dané kapalině (v), tedy:

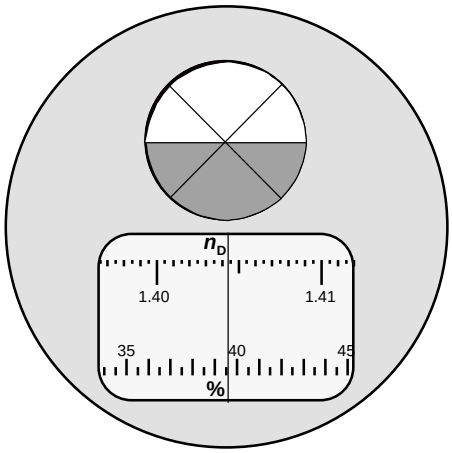
$$n = \frac{c}{v}.$$

Protože je rychlost šíření světla závislá na jeho vlnové délce a na teplotě prostředí, vyjadřují se tyto parametry v podobě indexů. Například zápis $^{20}n_D$ znamená hodnotu indexu lomu při laboratorní teplotě (20 °C), měřenou při vlnové délce 589,3 nm, což je průměrná hodnota vlnových délek spektrálních čar dubletu D světla sodíkové výbojky (λ = 589,0 a 589,6 nm, pro měření indexu lomu je to nejčastěji používaná vlnová délka). Je zřejmé, že hodnota indexu lomu je pro daný materiál vždy větší než jedna (rychlost světla ve vakuu je maximální dosažitelná rychlost). Index lomu vzduchu je při laboratorní teplotě a normálním tlaku velice blízký jedné (1,00029), pro běžné průhledné látky je mírně větší než jedna (voda 1,333, běžné okenní sklo 1,479), ale pro některé látky nabývá hodnot až kolem 2,5 i více (olovnatá skla kolem 2, diamant 2,42, syntetický rutil 2,61).

K měření indexu lomu se používá přístroj nazývaný *refraktometr*. V tomto praktiku se setkáte s Abbeovým refraktometrem (viz **kapitola 3.5.8**). Při měření naneste na dokonale očištěný (a vysušený) osvětlovací hranol vzorek (množství vzorku volte tak, aby po přiklopení měřícím hranolem byla vrstva měřené kapaliny rozprostřena po celé styčné ploše hranolů; zpravidla stačí několik kapek) a po přiklopení měřícím hranolem a zapnutí světla zaostřete okulár. Pomocí nastavení (pootočení) optického systému přístroje (dalekohledu) se změří mezní paprsek úplného vnitřního odrazu světla na tenké vrstvě vzorku. Je-li úhel tohoto mezního paprsku Θ, platí:

$$n = n_{vzduch} \cdot \sin \Theta.$$

Dosažení úplného odrazu je indikováno v zorném poli vzájemnou polohou nitkového kříže a rozhraní světla a stínu zobrazenou na **Obr. 42**. Stupnice přístroje je z praktických důvodů kalibrovaná nikoli v úhlech Θ, nýbrž přímo v hodnotách n (horní stupnice na obrázku). Obvykle bývá přístroj vybaven ještě jednou stupnicí, která se používá pro nejčastější průmyslovou aplikaci – stanovení obsahu cukru v cukrovarnických roztocích (spodní stupnice na obrázku).

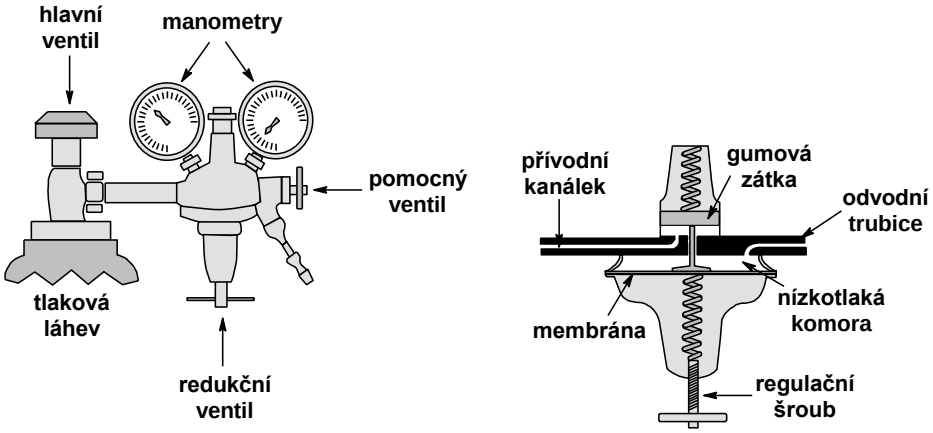


Obr. 42. Zorné pole refraktometru; n_D = 1,4044.

4.20 Práce s tlakovými láhvemi

Většina plynů potřebných v laboratoři je dostupná ve stlačené nebo zkapalněné podobě v zásobních tlakových láhvích. Tyto láhve jsou označeny barevně, aby se dalo rychle a na

první pohled poznat, jaký plyn obsahují. Je však obzvláště důležité vždy zkontrolovat i podle údaje na štítku, zda daná bomba obsahuje chtěný plyn.
Nejčastěji se používá bomb se stlačeným dusíkem nebo argonem. Tyto plyny se používají k zajištění inertní atmosféry při práci se snadno oxidovatelnými látkami. Dalšími běžnými plyny dodávanými v tlakových láhvích jsou stlačený vzduch, kyslík, vodík, oxid uhličitý, acetylen, oxid uhelnatý, amoniak a chlor.
K řízenému vypouštění plynu z láhve slouží různé typy *ventilů* (tzv. „*hodin*“ viz **Obr. 43**), většinou opatřených manometrem nebo průtokoměrem. Práce s nimi se typ od typu poněkud liší. Vždy je na „hodinách“ *hlavní ventil* (kohout, který vypouští plyn z láhve do vysokotlaké komory „hodin“, často opatřené jedním manometrem), a *kohout redukční*, který otvírá cestu plynu z prostoru „hodin“ do odvodní trubice. Za redukčním kohoutem bývá umístěn druhý manometr nebo průtokoměr. Odvodní trubice bývá opatřena ještě jedním pomocným ventilem. Zatímco hlavní a pomocný kohout jsou klasickými ventily (podobně jako vodovodní kohoutek), kohout redukční má specifickou konstrukci, která umožňuje plynulou regulaci tlaku z velkých hodnot (uvnitř láhve) na malé (odvod do aparatury). Zvláštností redukčního kohoutu je, že se uzavírá povolováním, a otevírá dotahováním, tj. navenek funguje zcela opačně než zbylé dva ventily. Dotahováním redukčního ventilu dojde vytlačení gumové zátky a k proudění plynu z přívodního kanálku do nízkotlaké komory ventilu a dále odvodní trubicí ven. Naopak při vzrůstu tlaku plynu v nízkotlaké komoře je membrána tlačena proti regulačnímu šroubu, a gumová zátka dosedne na přívodní kanálek, čímž se proudění plynu zastaví.



Obr. 43. Schematické znázornění „hodin“ a redukčního ventilu.

Obecně je nutné dodržet při práci s tlakovou láhví následující pravidla: před prací se přesvědčte, že je redukční ventil (a případně i pomocný ventil) uzavřený. Kdyby tomu tak nebylo, a otevřeli byste hlavní ventil, mohlo by dojít k neřízenému tlakování aparatury, která by se mohla rozletět. Poté otevřete hlavní ventil. Stačí mírné otevření, uvnitř bomby je velký nadbytek plynu, který rychle vyrovná úbytek plynu ve vysokotlaké komoře. U redukčního i pomocného ventilu je jedno, v jakém pořadí se otevřou. Zde záleží pouze na tom, který z nich má jemnější/pohodlnější regulaci – obvykle to bývá redukční ventil. V takovém případě mírně pootevřete pomocný ventil, a požadovaný průtok nastavte pomalým dotahováním (otvíráním) redukčního ventilu. Při této fázi je nutná vizuální kontrola průtoku plynu, např. bublačky připojené k aparatuře.

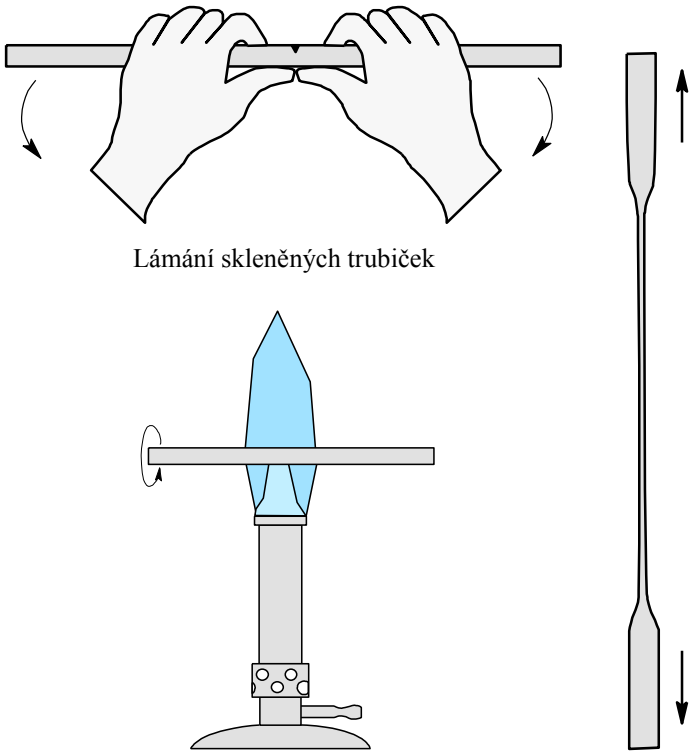
4.21 Práce s roztaveným sklem

Vstupním materiálem bývají skleněné trubice. Pro práci je vhodné použít trubice tenkostěnné

(lépe a rychleji se taví). Nejdříve je třeba nařezat je na vhodnou délku. To lze pohodlně udělat pomocí pilníku nebo sklářského nože – na dlouhé trubici se ve vhodné vzdálenosti od kraje pomocí pilníku udělá vryp. V daném místě pak lze trubici snadno zlomit (viz **Obr. 44**). Přitom je vhodné držet trubici přes hadr, aby se omezila pravděpodobnost případného pořezání ostrými hranami.

Odlomené konce je třeba *otavit* – trubička se vloží do plamene kahanu, a otáčí se s ní tak dlouho, až se hrany nataví a zaoblí. Při zahřívání je nutné sklo nejprve mírně předehřát v těsné blízkosti plamene, a teprve poté je vložit přímo do plamene (obvykle do jeho nejteplejší části). Bez předchozího předehřátí hrozí nebezpečí, že se konec trubičky při rychlém vložení do plamene rozletí na střípky. *Sklo určené k tepelnému opracování musí být dokonale suché.*

Podobně jako při otavování se postupuje i při *zhotovování ampulek*. V tomto případě se otáčí trubičkou v plamenu dostatečně dlouho, aby na konci došlo ke vzniku kapky skla, která uzavře původní otvor. Po vychladnutí na laboratorní teplotu pak lze do vzniklé zkumavky nasypat či nalít produkt. Po jeho dokonalém sklepání (v *místě zamýšleného zatavení musí být sklo čisté*) se může přikročit k zatavení: do jedné ruky uchopte spodní část zkumavky, hrdlo (ústí) zkumavky opřete do hrotu pinzety a v plamenu začněte prohřívat část trubice těsně pod ústím zkumavky. Při tomto prohřívání zkumavkou neustále otáčejte, aby sklo změklo rovnoměrně na všech stranách. Poté, co je sklo tvárné (mírným tlakem mezi rukou a pinzetou se trubička v místě ohřevu ohýbá), zkumavku zatavíte tím, že hrdlo zkumavky uchopíte do pinzety a snažíte se jej odtrhnout. Tím dojde k vytáhnutí tenké kapiláry, která se snadno v plamenu přetaví a uzavře tak zkumavku.



Obr. 44. Práce se sklem.

Při *zhotovování kapilár* je jejich uzavření nežádoucí, proto se postupuje poněkud jinak: odříznutou trubičku uchopte za kraje do obou rukou, a její střed prohřívejte v nejteplejším místě plamene. Poté, co je sklo již tvárné (projeví se mj. i intenzivním barvením plamene), trubičku vyjměte z plamene, otočte do svislé polohy a stejnoměrným tahem od sebe oba

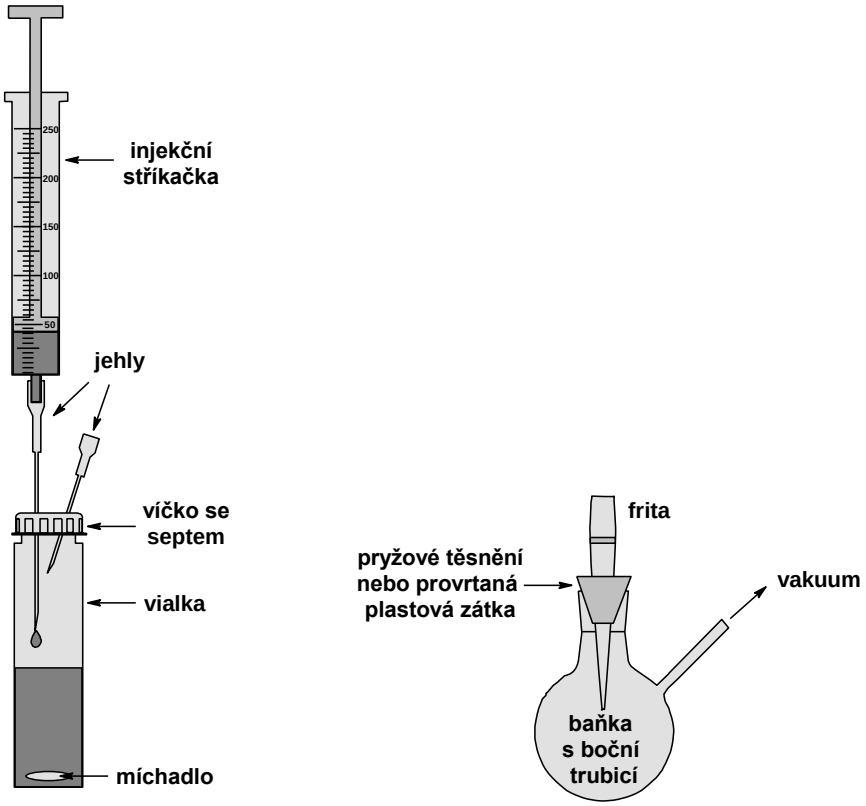
konce oddalte (viz **Obr. 44**). Tím dojde ve střední části trubičky k vytvoření kapiláry, jejíž stěny jsou rovnoměrně silné. Proces vytahování je třeba udělat co nejrychleji, aby nedošlo k vychladnutí skla. Kapiláry se poté nalámou na vhodnou délku a případně na jedné straně zataví přiložením k plamenu (zatavení kapiláry je již nepoměrně rychlejší než u původní trubičky, protože množství roztavované skleněné hmoty je mnohonásobně menší). Pozor, sklo, které bylo roztavené, chladne na teplotu snesitelnou pro lidské tělo velmi dlouho. Skleněné úlomky a střípky vždy pečlivě uklízejte.

4.22 Práce v mikroměřítku

Provedení reakcí v objemech reakčních směsí nepřesahujících 5 ml se označuje jako preparace v mikroměřítku. Pro odměřování takto malých objemů používaných rozpouštědel a reaktantů lze s úspěchem využít *injekční stříkačky*.

Reakce v mikroměřítku se velmi pohodlně provádějí ve *vialce*. Vialka je malá lahvička s nejčastěji šroubovým uzávěrem (víčkem). Víčko bývá plné nebo s otvorem, do kterého se může vložit *septum* (pryžová přepážka), přes něž lze pomocí duté jehly přikapat reaktanty do uzavřené reakční směsi. Aby nedocházelo k natlakování obsahu vialky při přidávání roztoků jednotlivých reaktantů, je třeba septum propíchnout další (tenkou) jehlou, která zajistí vyrovnání tlaku s vnější atmosférou (**Obr. 45**).

Pro izolaci produktů připravených v mikroměřítku je třeba použít patřičně malé pomůcky – malou plastovou fritu a baňku s boční trubicí (**Obr. 45**). Utěsnění filtrační aparatury se provádí pomocí provrtané plastové zátky nebo pryžového těsnění. Suspenze produktu se dopraví na fritu pomocí plastového kapátka, ze kterého se postupně vypouští filtrovaná suspenze za současného připojení aparatury na vakuum, aby odsávání bylo plynulé.



Provedení reakce ve vialce Aparatura pro mikrofiltraci za sníženého tlaku

Obr. 45. Práce v mikroměřítku.

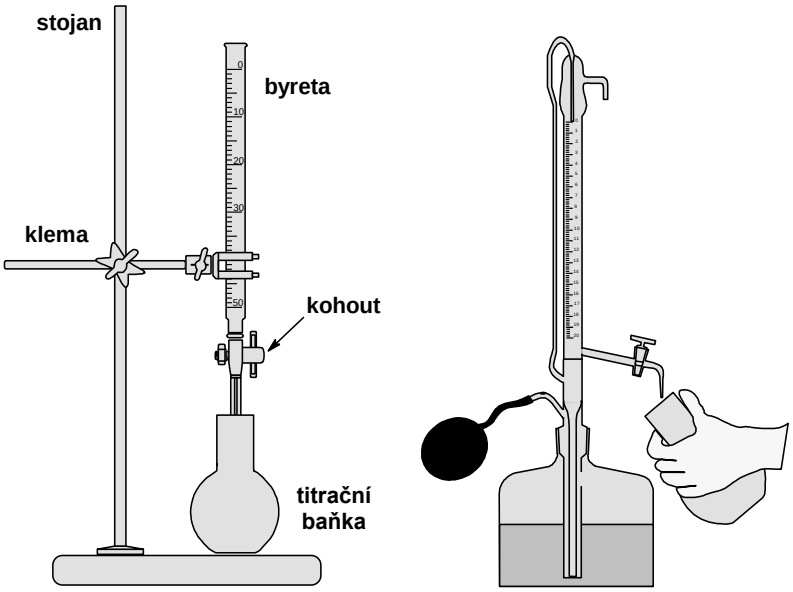
4.23 Titrace

Titrace je odměrné stanovení *koncentrace* látky v roztoku. Koncentrace roztoků se vyjadřuje pomocí mnoha různých veličin, jako jsou například *hmotnostní zlomek* (hmotnost rozpuštěné látky vztažená na hmotnost roztoku) nebo *molalita* (látkové množství rozpuštěné látky vztažené na hmotnost rozpouštědla). V analytické chemii se nejčastěji používá *molarita* (též *molární koncentrace*, *c*). Ta se vypočte jako podíl látkového množství *n* (tj. počtu molů) rozpuštěné látky a objemu roztoku *V* (v dm^3):

$$c = \frac{n}{V}.$$

Metodami *odměrné* (*volumetrické*, *titrační*) analýzy, které jsou součástí kvantitativní chemické analýzy, jsou studovány koncentrace či stechiometrické poměry reaktantů u reakcí *acidobazických*, *oxidačně-redukčních* (*redoxních*), *srážecích* nebo *komplexotvorných*. Při *titracích* se přidává z *byrety* roztok titračního činidla, které stechiometricky reaguje s titrovanou (stanovovanou) látkou rozpuštěnou v *titrační* nebo *Erlenmeyerově baňce* (**Obr. 46**). Konec reakce může být zviditelněn barevnou změnou přidaného indikátoru, který reaguje buď s prvním přebytkem přidaného titračního činidla, nebo se stanovovanou látkou, která se v průběhu titrace vyčerpává. U acidobazických reakcí se používají *acidobazické indikátory*. Nadbytek titračního činidla – kyseliny nebo báze – prudce změní pH roztoku. To se projeví změnou zabarvení indikátoru (organické barvivo, které se chová jako slabá kyselina či báze, a jehož protonizovaná a deprotonizovaná forma mají výrazně rozdílné barvy).

Polo-automatické byrety jsou konstrukčně řešené tak, aby se po jejich naplnění napuštěný objem automaticky zarovnal na rysku „0“ (viz **Obr. 10**, **kapitola 3.1.18**). Doplňování byrety se rovněž děje „automaticky“ – titrační roztok se přečerpává pomocí balónku, kterým se vytvoří mírný přetlak nad hladinou roztoku v zásobní láhvi a roztok je pak vytlačován čerpací kapilárou do trubice byrety. Při čerpání kapaliny je nutné prstem uzavřít dírku v přívodní trubici stlačeného plynu, a při načerpání byrety se přetlak naopak odpustí uvolněním tohoto otvoru. Otvor je nutné uvolnit včas, jinak může dojít k vystříknutí odměrného roztoku ven z byrety, což může být při titracích agresivními činidly nebezpečné.



Obr. 46. Aparatury pro titraci.

Při vlastní titraci jednou rukou neustále míchejte titrační baňkou, a druhou regulujte rychlost přidávání titračního činidla z byrety. Odečítání objemu se provádí podobně jako u pipet nebo při doplňování odměrných baněk, tj. podle rysky, které se dotýká meniskus titrační kapaliny.

Pokud spotřeba přeroste objem byrety, je třeba zastavit vypouštění titračního činidla na poslední kalibrované rysce (nejčastěji 25 nebo 50 ml) a byretu znova doplnit a pokračovat v titraci. Celková spotřeba pak bude pochopitelně součtem všech přidaných objemů titračního činidla. Opakované doplnění titračního činidla ale potenciálně zatěžuje měření vznikem chyby a je proto vhodné upravit navážky tak, aby spotřeba nepřekročila celkový objem byrety.

4.23.1 Příprava roztoku dané koncentrace

Molární koncentrace je vztažena na celkový objem roztoku, proto nelze rozpouštět danou látku v předem známém množství rozpouštědla, ale naopak se rozpouštědlo postupně přidává až k dosažení požadovaného objemu. K tomu slouží *odměrné baňky*. Rozpouštědlo se doplňuje po rysku vyznačenou na úzkém hrdle baňky.

Jednotkou molární koncentrace je $mol \cdot dm^{-3}$, často označovaný jako M. Psaní značky koncentrace c se také často nahrazuje pomocí relativní koncentrace (hodnoty numericky shodné s koncentrací v $mol \cdot dm^{-3}$, ale bezrozměrné). Relativní koncentrace je vyjádřena pomocí hranatých závorek, do kterých se napíše vzorec látky, o jejíž koncentraci se jedná, tedy např. [NaOH] se používá místo zápisu c(NaOH).

Látkové množství n je rovno podílu hmotnosti látky a její molární hmotnosti M. Pro výpočet hmotnosti látky nutné k přípravě jejího roztoku o koncentraci c a objemu V tedy platí vztah:

$$m = c \cdot M \cdot V.$$

Po rozpuštění látky v odměrné baňce a doplnění baňky po rysku je nutné roztok důkladně promíchat – baňku uzavřete čistou zátkou a několikrát překlopte. Vzhledem ke tvaru baňky je totiž samovolná difúze mezi hrdlem a tělem baňky velmi pomalá. Odlévání nepromíchaného roztoku bývá častým zdrojem chyb (nereprodukovatelných výsledků).

4.23.2 Stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku

Protože se občas k přípravě odměrných roztoků používají nepříliš dobře definované látky, je nutné odměrný roztok tzv. *faktorizovat* – tj. stanovit přesnou koncentraci titračního činidla. K tomu se využívá titrace *primárního standardu* – látky, která je připravitelná o vysoké čistotě (případně i snadno čistitelná např. rekrystalizací), relativně stálá a má velice dobře definované složení (včetně definovaného stálého počtu krystalových vod apod.). Např. koncentraci hydroxidu sodného (který bývá na povrchu často navlhlý, nebo pokrytý vrstvičkou uhličitanu) lze stanovit pomocí vybraných kyselých primárních standardů, jako jsou např. hydrogenvínan draselný, hydrogenftalát draselný, tetroxalát draselný, nebo kyselina šťavelová. Odměrné roztoky kyselin lze titrovat na bazické primární standardy, jako jsou např. dekahydrát tetraboritanu disodného, hydrogenuhličitan draselný nebo uhličitan sodný. Koncentrace odměrného roztoku manganistanu draselného lze stanovit na dobře definovanou látku schopnou oxidace, např. na Mohrovu sůl (hexahydrát síranu amonno-železnatého).

4.24 Elektrolytické procesy

4.24.1 Základní principy elektrolýzy

Některé látky, jsou-li rozpuštěné ve vhodném (polárním) rozpouštědle, disociují na volné ionty. Takovéto látky se nazývají jako *elektrolyty*.[1] Typickými elektrolyty jsou anorganické soli. Při průchodu elektrického proudu roztokem elektrolytu dochází na elektrodách, které zprostředkovávají přívod a odvod proudu, k chemickým změnám. *Při styku s katodou,* tj.

[1] Název „elektrolyt“ je někdy používán i pro samotný materiál, který vede elektrický proud na bázi pohyblivých iontů. Elektrolytem je pak nazýván roztok soli (nebo její tavenina), nikoliv čistá sůl v pevném skupenství. Zažité sousloví „roztok elektrolytu“ pak v tomto pojetí nedává přílišný smysl, na druhou stranu to však umožňuje definovat i „pevný“ elektrolyt jako pevnou fázi s iontovou vodivostí, což je využíváno v materiálových vědách.

s elektrodou, *na níž je z vnějšího zdroje přiváděn záporný náboj, přijímají ionty nebo molekuly elektrony*. Chemický děj, při kterém částice přijímají elektrony, se nazývá redukce, znamená to, že **na katodě se ionty nebo molekuly redukují**. *Naopak při styku s anodou*, tj. s elektrodou, *z níž je vnějším zdrojem záporný náboj odebírán, odevzdávají molekuly nebo ionty elektrony*. Chemický děj, při němž částice elektrony odevzdávají, se nazývá oxidace, znamená to, že **na anodě se ionty nebo molekuly oxidují**. Při elektrolýze tedy k zamýšlené katodě připojíme záporný pól elektrického zdroje, zatímco k anodě připojíme pól kladný.[2]

Kvantitativní stránku chemických přeměn, k nimž na elektrodách a v roztoku vlivem elektrolýzy dochází, studoval v letech 1813–1835 Michael Faraday. Svá pozorování formuloval v podobě dvou zákonů elektrolýzy:

1. Množství látky přeměněné elektrolýzou je úměrné prošlému náboji.
2. Množství různých látek přeměněná týmž nábojem jsou v poměru chemických ekvivalentů těchto látek.

První zákon elektrolýzy je zřejmý. Během elektrolýzy projde roztokem náboj Q (v coulombech, C), který je dán součinem proudu I (v ampérech, A) a času t (v sekundách, s), tj. $Q = I \cdot t$. Množství elektrolýzou přeměněné látky je tedy přímo úměrné době elektrolýzy při konstantním proudu, nebo naopak intenzitě proudu při konstantní délce elektrolýzy. Tento zákon lze vyjádřit vztahem:

$$m = k \cdot I \cdot t,$$

kde m je hmotnostní množství přeměněné látky a k je konstanta úměrnosti.

Druhý zákon vyjadřuje význam konstanty k v předchozím vztahu. Při přeměnění jednoho molu látky odpovídá její hmotnost molekulové hmotnosti M, a náboj, který je zapotřebí, je dán součinem náboje jednoho elektronu ($e = 1{,}602177 \cdot 10^{-19}$ C), počtem elementárních částic v jednom molu látky ($N_A = 6{,}022142 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}) a počtem vyměněných elektronů při dané reakci, z.

Součin konstant $e \cdot N_A$ činí 96485 C·mol^{-1}. Tento náboj je označován jako tzv. Faradayova konstanta, F. Z uvedené definice hodnoty F vyplývá, že k přeměně jednoho molu látky je zapotřebí právě náboj $Q = z \cdot F$. Pro hmotnost přeměněné (případně vzniklé, vyloučené apod.) látky pak platí:

$$m = \frac{M \cdot I \cdot t}{z \cdot F}.$$

Porovnáním s prvním Faradayovým zákonem je zřejmé, že konstanta k v předchozím vztahu má význam hmotnostního množství látky, které je vyloučeno nábojem F (96485 C). Prakticky se však při preparativní elektrolýze takto vypočtené hmotnostní množství produktu většinou nezíská a výtěžky bývají zřetelně nižší než 100 % (vlivem mnoha konkurenčních reakcí, ke kterým obvykle na povrchu elektrod dochází).

Elektrolytická oxidace nebo redukce je v řadě případů velice výhodnou metodou přípravy sloučenin, ve kterých je některý atom v relativně vysokém nebo nízkém oxidačním stavu.

4.24.2 Galvanické pokovování

Galvanické pokovování je proces, při kterém se z vodných roztoků solí vylučuje stejnosměrným proudem na katodě kov v podobě rovnoměrného povlaku. Slouží k ochraně méně ušlechtilých kovů před korozí nebo chemickými vlivy, a někdy se používá i pro zvýšení estetického vzhledu pokovených předmětů. Složení roztoků pro takové pochody (tzv. *elektrolytových lázní*) je empirické. Většinou jde o roztoky stálých solí příslušného kovu, často s přídavkem jiného elektrolytu pro zvýšení elektrické vodivosti. Stejně tak empirické

[2] Za zmínku stojí, že polarita katody a anody je na výstupu z galvanických článků opačná než při elektrolýze, což může být někdy matoucí. Podrobný popis elektrochemických dějů je však mimo rámec tohoto kurzu, a další detaily se tak dozvíte až během případného studia fyzikální chemie.

jsou požadavky na podmínky (teplotu lázní, dobu pokovování, napětí atd.). Zvláštní důležitost pro kvalitu získaného povrchu má tzv. *proudová hustota*, tj. intenzita proudu vztažená na jednotku plochy katody.
Jako příklad uveďme vodný roztok síranu nikelnatého. Disociace je tu popsána rovnicí:

$$NiSO_4 \rightleftharpoons Ni^{2+} + SO_4^{2-}$$

Dají-li se do takového roztoku elektrody a vloží-li se na ně elektrické napětí, budou jednotlivé ionty elektrolytu přitahovány k opačně nabitým elektrodám. Na katodě pak probíhá redukce:

$$Ni^{2+} + 2\,e^- \longrightarrow Ni^0,$$

tj. dochází k vylučování kovového niklu. Pochody probíhající na anodě závisejí na jejím materiálu. Nejjednodušším případem je, je-li anoda zhotovena ze stejného kovu, jako je kation příslušného elektrolytu, v tomto případě niklu. Pak je hlavním pochodem na anodě oxidace:

$$Ni^0 - 2\,e^- \longrightarrow Ni^{2+},$$

kterou jsou nikelnaté ionty doplňovány do roztoku. Kvantitativně pro takový pochod platí Faradayův zákon.

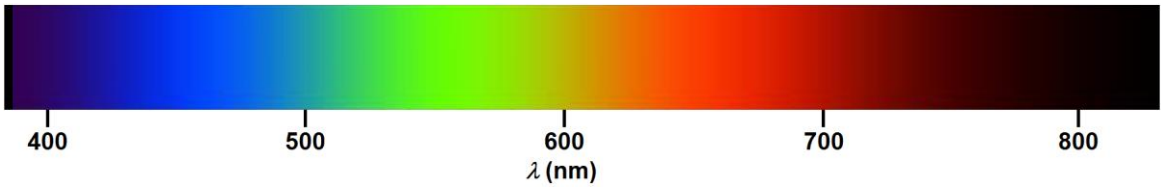
4.24.3 Elektrogravimetrie

Elektrogravimetrie je analytickou metodu sloužící ke stanovení řady kovů. V tomto případě je anoda z vhodného inertního materiálu (nejčastěji z platiny) a kationty tedy nejsou do roztoku doplňovány. Na katodě dochází ke kvantitativnímu vyloučení iontů kovu z roztoku. Podmínky pro vylučování jednotlivých iontů jsou opět empirické a je třeba je přesně dodržovat. Zvážením vyloučeného povlaku kovu po skončení elektrolýzy lze zjistit množství (potažmo koncentraci) příslušného iontu kovu v původním roztoku elektrolytu.

4.25 Měření absorbance

4.25.1 Absorpční spektroskopie

Absorpční spektroskopie v ultrafialové a viditelné oblasti (UV-Vis oblasti) je vědní disciplína, která zkoumá interakci látky s elektromagnetickým zářením v rozmezí vlnových délek 200–750 nm. Tuto oblast vlnových délek lze rozdělit na blízkou ultrafialovou část (200–400 nm, „ultraviolet“, UV) a viditelnou část spektra (400–750 nm, „visible“, Vis). Ve viditelné oblasti spektra odpovídají jednotlivé vlnové délky různé barvě záření (viz **Obr. 47**).



Obr. 47. Závislost barvy viditelného světla na vlnové délce.

Absorpce záření v UV-Vis oblasti je spojená s přechodem molekuly ze základního stavu do elektronově excitovaného stavu. UV-Vis absorpční spektrum (závislost velikosti absorpce na vlnové délce, frekvenci nebo vlnočtu) tedy odráží elektronovou strukturu molekuly. Absorpční spektrum se skládá zpravidla z řady pásů, které se mohou vzájemně překrývat. Každý pás odpovídá jednomu elektronovému přechodu – např. přechodům mezi obsazenými a neobsazenými molekulovými orbitaly (nejnižší energii z těchto pásů má přechod HOMO-LUMO), přechodům mezi neúplně zaplněnými *d* orbitaly centrálních atomů/iontů v komplexních sloučeninách, přenosu náboje mezi vazebnými partnery (kovem a ligandem) apod. Různé typy elektronových přechodů mohou být z kvantově-chemického hlediska různým způsobem povoleny (či částečně zakázány), a proto se může velmi podstatně měnit

pravděpodobnost, s jakou k elektronovému přechodu při interakci fotonu s elektronem dojde. To se projeví různou intenzitou absorpce, a tedy i intenzitou barvy. Pokud látka totiž absorbuje ve viditelné části spektra, je barevná, a našemu oku se její zabarvení jeví jako komplementární (doplňkové) k barvě pohlceného záření (viz **Tab. 1**).

Tab. 1. Vztah mezi vlnovou délkou pohlceného záření a odpovídajícím zabarvením materiálu.

λ (nm)	Barva	
	pohlcená	komplementární
400–435	fialová	žlutozelená
435–480	modrá	žlutá
480–490	zelenomodrá	oranžová
490–500	modrozelená	červená
500–560	zelená	purpurová
560–580	žlutozelená	fialová
580–595	žlutá	modrá
595–610	oranžová	zelenomodrá
610–750	červená	modrozelená

Poloha absorpčního pásu se v UV-Vis spektroskopii charakterizuje vlnovou délkou jeho maxima λ_{max} (udává se v nm), vlnočtem $\tilde{\nu}_{max}$ (udává se v cm^{-1}), případně frekvencí ν_{max} (udává se v Hz). Mezi těmito veličinami ν a energií fotonu E_{foton} platí vztahy:

$$\tilde{\nu} = \frac{\nu}{c} = \lambda^{-1}$$

a

$$E_{foton} = h \cdot \nu = h \cdot c \cdot \tilde{\nu} = \frac{h \cdot c}{\lambda} ,$$

kde h je Planckova konstanta ($h = 6{,}626069 \cdot 10^{-34}$ J·s) a c je rychlost světla ve vakuu ($c = 299792458$ m·s^{-1}). Při běžně používaných jednotkách platí pro přepočet vlnové délky λ na vlnočet $\tilde{\nu}$ vztah vycházející z faktu, že 1 cm = 10^7 nm:

$$\lambda(\text{nm}) = \frac{10^7}{\tilde{\nu}(\text{cm}^{-1})} .$$

Změna intenzity světla při průchodu absorbujícím prostředím je při dané vlnové délce λ charakterizována veličinou *transmitance*, *T*. Ta vyjadřuje podíl světelného toku prošlého vzorkem (Φ) ku světelnému toku původně dopadajícímu (Φ_0):

$$T(\lambda) = \frac{\Phi(\lambda)}{\Phi_0(\lambda)} ,$$

V praxi se však častěji používá veličina nazvaná *absorbance*, *A*:

$$A(\lambda) = \log \frac{\Phi_0(\lambda)}{\Phi(\lambda)} = -\log T(\lambda) .$$

Hlavním důvodem pro častější používání absorbance je její lineární závislost na koncentraci absorbující látky (vyjádřená Lambertovým-Beerovým zákonem, viz **kapitola 4.25.2** níže), což velmi usnadňuje analytické aplikace.
K měření absorbance (příp. transmitance) slouží UV-Vis spektrofotometr (viz **kapitola 3.5.9**).

4.25.2 Lambertův-Beerův zákon

Vztah mezi absorbancí, koncentrací látky ve vzorku a tloušťkou absorbujícího prostředí vyjadřuje Lambertův-Beerův zákon:[3]

[3] V literatuře se běžně uvádí též jako Beerův-Lambertův zákon, Beerův zákon, Beerův-Lambertův-Bouguerův zákon atd. První pozorování vztahu mezi intenzitou zabarvení a tloušťkou objektu publikoval v r. 1729 Pierre

$$A(\lambda) = \varepsilon(\lambda) \cdot c \cdot l,$$

kde $\varepsilon(\lambda)$ je molární absorpční (extinkční) koeficient při zvolené vlnové délce λ, který je pro danou látku a danou vlnovou délku konstantou (udává se nejčastěji v jednotkách $dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$), c je molární koncentrace absorbující látky ve vzorku (v $mol \cdot dm^{-3}$) a l je délka absorbujícího prostředí (v cm, v praxi vnitřní tloušťka kyvety). Hodnoty $\varepsilon(\lambda_{max})$ mohou snadno indikovat druh (resp. povolenost/zakázanost) daného elektronového přechodu; $\varepsilon(\lambda_{max})$ se může pohybovat v hodnotách řádově cca 10^{-1}–10^5 $dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$. Např. barevné organické sloučeniny s konjugovaným (aromatickým) skeletem (např. acidobazické indikátory a azobarviva) mívají extinkční koeficient elektronového přechodu HOMO–LUMO cca 10^3–10^4 $dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$, běžné koordinační sloučeniny přechodných kovů (s barevností danou elektronovým přechodem mezi *d* orbitaly, který je kvantově-chemicky zakázaný tzv. Laportovým pravidlem, o němž se více dozvíte ve vyšších ročnících) cca 10^1–10^2, a pokud se k zákazu *d-d* přechodu připojí ještě nutnost změny spinu elektronu mezi základním a excitovaným stavem (typicky při elektronové konfiguraci d^5), klesá hodnota $\varepsilon(\lambda_{max})$ řádově na 10^{-1}–10^0 $dm^3 \cdot cm^{-1} \cdot mol^{-1}$. Spinový zákaz stojí např. mj. za téměř bezbarvostí roztoků manganatých sloučenin.

Platnost Lambertova-Beerova zákona se ověřuje proměřením *kalibrační křivky*, kde se vynášejí hodnoty změřené absorbance proti známé koncentraci připravených roztoků. V ideálním případě se získá přímka, která prochází počátkem souřadnicového systému:

$$A = \mathrm{a} \cdot c$$

Někdy je kalibrační přímka poněkud posunutá od počátku, např. pokud se ke korekci na „nulovou“ absorbanci (viz **kapitola 3.5.9**) použije jiná kyveta než pro vlastní měření, nebo když měřený roztok obsahuje i jiné absorbující složky, které nebyly přítomné v roztoku „blanku“. Pak je nutné závislost absorbance na koncentraci korigovat o konstantní člen:

$$A = \mathrm{a} \cdot c + \mathrm{b}$$

Dále dochází k odchylkám od lineární závislosti při vysokých koncentracích. Naopak, platí-li Lambertův-Beerův zákon (tj. závislost naměřené absorbance na koncentraci zjišťované látky je lineární), můžete koncentraci absorbující látky snadno stanovit spektrofotometricky pomocí změřené absorbance. V ideálním případě tedy platí:

$$c = A / \mathrm{a},$$

v případě s rozdílnou kvalitou pozadí mezi „blankem“ a měřeným vzorkem pak:

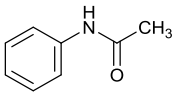
$$c = \frac{A - \mathrm{b}}{\mathrm{a}}.$$

Bouguer. Jeho práci rozvinul Johann Heinrich Lambert (publikováno v r. 1760) a základní tezi o přímé úměře mezi absorpcí a množstvím látky publikoval August Beer v r. 1852.

5. Návody k prováděným úlohám

5.1 Úloha 1 – Krystalizace

Úkoly
1. Překrystalizujte vzorek acetanilidu z horké vody.
2. Překrystalizujte vzorek acetanilidu z horkého toluenu.
3. Překrystalizujte vzorek pentahydrátu síranu měďnatého (modré skalice) srážením vodného roztoku ethanolem.



acetanilid

Teoretický úvod k úloze
Zahřívání
Popis této techniky viz **kapitola 4.7**.

Krystalizace
Popis různých technik viz **kapitola 4.10**.

Filtrace a odsávání
Popis těchto technik viz **kapitola 4.12**.

Upozornění k bezpečnosti práce
Používaná organická rozpouštědla (ethanol a toluen) jsou *velmi hořlavá*, pracujte s nimi v bezpečné vzdálenosti od plamene.

Postup
Rekrystalizace acetanilidu z horké vody
Na předvážkách odvažte 2,00 g surového acetanilidu a suspendujte jej ve 250ml Erlenmeyerově baňce v 70 ml destilované vody. Přidejte magnetické míchadlo. Baňku postavte na topnou míchačku a do hrdla vložte skleněnou nálevku, která bude sloužit jako vzdušný chladič a sníží odpar vody ze směsi. Nálevka se zároveň se předehřeje, a při filtraci nebude docházet k jejímu zacpávání vykrystalizovaným acetanilidem. Za míchání zahřejte směs k varu a krátce (cca 2 min) povařte. Horkou směs přefiltrujte přes skládaný papírový filtr vložený do předehřáté nálevky do čisté a suché 100ml Erlenmeyerovy baňky. Horkou baňku držte přes hadřík nebo ji upněte do klemy. Pokud dojde k vykrystalizování acetanilidu už na filtračním papíře, přelijte suspenzi zpět do 250ml Erlenmeyerovy baňky a po přidání malého množství vody směs zahřejte k varu a po rozpuštění acetanilidu dokončete filtraci. Baňku s filtrátem uzavřete plastovou zátkou[4] a ochlaďte v umyvadle pod proudem studené vody. Směs ponechejte stát 20 min v lednici pro dokončení krystalizace. Produkt poté odsajte na fritě. Pokud vám zbývají v baňce krystaly produktu, které se vám nepodařilo přenést na fritu, vypláchněte je pomocí matečného louhu (filtrátu) přelitého z jímací baňky. Produkt na

[4] Při chlazení uzavřených baněk/aparatur dochází pochopitelně ke vzniku podtlaku, který může vést v extrémních případech při použití Erlenmeyerovy baňky až k implozi (zvláště u velkých baněk s velkou rovnou plochou). Aparatura se po vychlazení navíc obtížně otevírá. Proto je vhodné baňku během chlazení občas otevřít k vyrovnání tlaku, případně k uzavření nepoužívat příliš dobře těsnící zátku.

fritě promyjte malým množstvím studené vody (cca 10 ml, střičku s vodou vychlaďte v lednici) a prosávejte po dobu 5 min vzduchem. Pomocí kopistky převeďte produkt do předem zvážené váženky bez víčka (nebo nízké kádinky), váženku vložte do vakuového exsikátoru a produkt dosušte ve vakuu (cca 15 min). Zjistěte hmotnost acetanilidu.

Rekrystalizace acetanilidu z horkého toluenu
Vzhledem k tomu, že budete používat těkavé toxické organické rozpouštědlo, provádějte veškerou práci v digestoři.
Do 25ml slzovité baňky odvažte na předvážkách 1,00 g surového acetanilidu (použijte plastovou násypku, abyste neznečistili zábrus baňky). Do baňky vložte magnetické míchadlo a baňku upevněte do klemy připnuté ke stojanu. Sestavte aparaturu pro zahřívání pod zpětným chladičem (viz **Obr. 27**). Chladičem přidejte pomocí injekční stříkačky s jehlou 10 ml toluenu a směs zahřívejte na olejové lázni k varu. Aparaturu vysuňte z lázně, sundejte chladič, klemu s baňkou uvolněte z křížové svorky (klema vám bude sloužit jako rukojeť) a směs zahorka přefiltrujte přes smotek vaty velikosti hrášku vložený v malé nálevce do čisté a suché 25ml Erlenmeyerovy baňky. Baňku uzavřete plastovou zátkou (viz pozn.[4] na předchozí stránce) a po zchladnutí na mírně zvýšenou teplotu ponechejte stát 15 min v mrazáku pro dokončení krystalizace. Produkt poté odsajte v digestoři na malé fritě (aparatura: frita + kónická pryž + skleněný nástavec + baňka), promyjte 2 ml toluenu (toluen odměřte pomocí injekční stříkačky s jehlou) a vysušte prosáváním vzduchu po dobu 5 min. Pomocí kopistky převeďte produkt do předem zvážené váženky bez víčka (případně malé kádinky), váženku vložte do vakuového exsikátoru a produkt dosušte ve vakuu (cca 15 min). Zjistěte hmotnost acetanilidu.

Rekrystalizace pentahydrátu síranu měďnatého sražením vodného roztoku ethanolem
Vzorek 3,00 g surového pentahydrátu síranu měďnatého (modré skalice) odvážený na předvážkách rozetřete v třecí misce. Rozetřením vzorku na jemné částečky urychlíte jeho rozpouštění – při rozpouštění velkých krystalů má člověk tendenci přidávat rozpouštědlo příliš rychle, což obvykle vede k přídavku většího množství rozpouštědla, než je nezbytně nutné, a výsledný roztok je pak příliš zředěný. Rozetřenou modrou skalici přesypejte do 100ml kádinky a za míchání krouživým pohybem rozpusťte ve vodě na nasycený roztok (vodu přidávejte postupně ze střičky). Přidejte 1 kapku 10% kyseliny sírové, 1 lžičku aktivního uhlí a směs promíchejte. Roztok přefiltrujte přes skládaný filtrační papír do čisté a suché 400ml kádinky. Ze získaného čirého filtrátu srážejte produkt pomalým přidáváním ethanolu ze střičky; směsí neustále míchejte. Ethanol přidávejte, dokud nebude matečný louh (po usazení krystalů produktu) zcela bezbarvý. Sraženinu odsajte na fritě, promyjte ethanolem a vysušte prosáváním vzduchu po dobu 5 min. Produkt rozprostřete na předem zvážené hodinové sklo a po uschnutí zvažte; před zvážením se čichem ujistěte, že se všechen ethanol již odpařil.

Požadavky k uznání úlohy
Přečištěné zvážené preparáty. (Výtěžek v pravém smyslu slova nelze určit, protože nevíme, jaký je obsah čisté látky ve výchozí směsi.)
Protokol o provedené úloze.

5.2 Úloha 2 – Izolace glycinu a identifikace neznámé aminokyseliny

Úkoly

1. Z hydrochloridu glycinu izolujte pomocí chromatografie na iontoměniči volný glycin ve formě zwitteriontu.
2. Pomocí srovnávací tenkovrstevné chromatografie (TLC) identifikujte předložený vzorek aminokyseliny.

Teoretický úvod k úloze

Práce s rotační vakuovou odparkou

Popis přístroje viz **kapitola 3.5.6**, popis práce s odparkou viz **kapitola 4.9**.

Srážení přídavkem špatného rozpouštědla

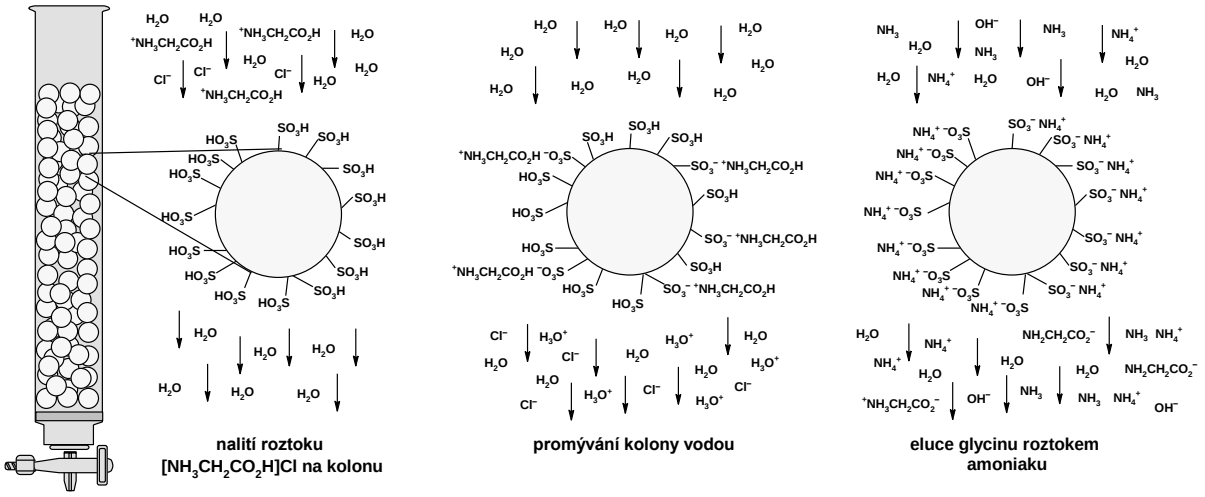
Popis této techniky viz **kapitola 4.10.1**.

Odsávání na fritě

Popis této techniky viz **kapitola 4.12.2**.

Chromatografie na ionexu

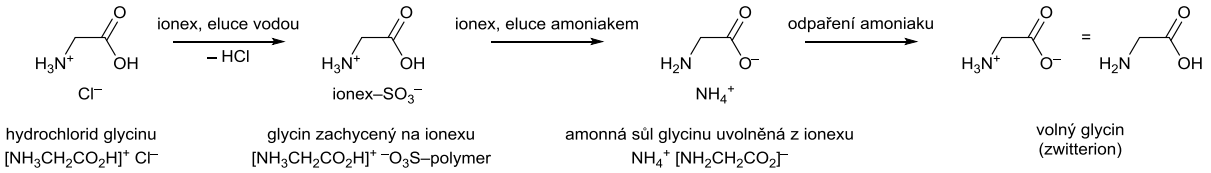
V následující úloze budete izolovat čistý glycin ve formě tzv. *zwitteriontu* (*vnitřního iontu*, *betainu*), $^{+}NH_3CH_2CO_2^{-}$. Vstupním materiálem bude hydrochlorid glycinu $[NH_3CH_2CO_2H]Cl$. K separaci použijete silný kationtový iontoměnič v tzv. H^{+}-cyklu (viz **kapitola 4.16.3**). Jedná se o polymer se zabudovanými silně kyselými sulfonovými skupinami ($–SO_3H$).



Obr. 48. Schematické znázornění oddělení glycinu z jeho hydrochloridu.

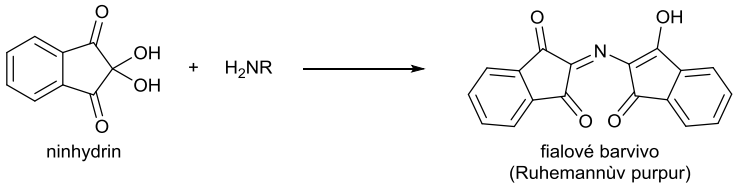
V hydrochloridu glycinu jsou protonizované jak aminoskupina, tak i karboxylová skupina, a glycin je tedy celkově v podobě kationtu $[NH_3CH_2CO_2H]^{+}$. Jeho protiiontem je chloridový anion Cl^{-}. Po nalití roztoku hydrochloridu glycinu na sloupec ionexu dojde k výměně protonu sulfonové skupiny za kation aminokyseliny, a uvolněná kyselina chlorovodíková vyteče při vyplachování vodou, zatímco glycin setrvá navázán na ionexu (**Obr. 48**). K uvolnění glycinu z ionexu použijete zředěný roztok amoniaku, který zneutralizuje zbývající sulfonové skupiny iontoměniče a svým nadbytkem vytěsní navázaný glycin, který vyteče ve formě amonné soli $(NH_4)^{+}[NH_2CH_2CO_2]^{-}$. Opakovaným odpařením eluátu pak odstraníte těkavý amoniak a výslednou aminokyselinu izolujete srážením vodného roztoku acetonem a odsátím na fritě.

Amonné ionty, které zůstaly navázané na ionexu, vypláchnete nadbytkem kyseliny chlorovodíkové, a ionex nakonec vypláchnete vodou do neutrální reakce vytékající kapaliny – ionex se tím tzv. zregeneruje.
Podoby, ve kterých se během celého procesu vyskytuje glycin, jsou naznačeny na následujícím schématu:



Při práci dbejte na to, aby nedošlo k vyschnutí zrn iontoměniče – při skladování je třeba, aby nad sloupcem iontoměniče byl vždy ještě sloupec kapaliny. Při přidávání mobilní fáze po malých dávkách pak nechejte kapalinu právě vsáknout, a ihned přidejte novou porci, aby nedocházelo k poklesu hladiny pod úroveň ionexové náplně.

Dělení látek na chromatografické destičce
Popis používané techniky viz **kapitola 4.16.2**. Pro TLC analýzu využijete chromatografické destičky se silikagelem (vysušeným amorfním a porézním polymerem kyseliny křemičité, SiO_2, s četnými –OH skupinami na povrchu). Povrch silikagelových částic je proto principiálně polární, velmi hydrofilní, a má kyselou povahu. Z tohoto důvodu má velkou afinitu k polárním sloučeninám, zvláště k aminům (a obecně k látkám kationtové povahy). Aminokyseliny se tak na povrch silikagelu vážou velmi pevně, a aby se pohybovaly ve vzlínající mobilní fázi, musí být mobilní fáze také velmi polární – buď kyselá (aby konkurovala povrchovým –OH skupinám přítomným na silikagelu), nebo bazická (aby báze obsažená v mobilní fázi byla schopná vytěsnit adsorbovanou chromatografovanou látku z povrchu silikagelu). V tomto případě použijete mobilní fázi obsahující amoniak. Platí, že čím vyšší je polarita chromatografované látky, tím méně se tato látka pohybuje. A naopak, přítomnost hydrofobní skupiny v molekule snižuje celkovou polaritu (a znesnadňuje interakci chromatografované látky s povrchem silikagelu) a takovéto sloučeniny při chromatografii putují rychleji.
K vizualizaci aminokyselin na chromatografické destičce použijete roztok ninhydrinu. Ninhydrin je činidlo selektivně reagující s aminoskupinami za vzniku intenzivního fialového zabarvení podle schématu:



Aplikace detekčního činidla se provádí nejpohodlněji pomocí rozstřikovače a k vlastní detekci dojde při mírném zahřátí destičky (v proudu teplého vzduchu z horkovzdušné pistole). Před detekcí je třeba dokonale odstranit zbytky mobilní fáze obsahující amoniak, který poskytuje s ninhydrinem též pozitivní reakci a rušil by vyvolání. Proto je nutné mobilní fázi dobře odpařit nad horkovzdušnou pistolí. Ninhydrin je látka mírně toxická a dráždivá, proto při práci používejte rukavice a chromatografickou destičku při vyvolávání držte pomocí pinzety, jinak hrozí, že experimentálně ověříte také přítomnost aminokyselin v proteinech tvořících vaši kůži. Nastříkání detekčního roztoku se velmi prakticky provádí v dřezu, kde můžete

zbytky detekčního činidla rovnou spláchnout do odpadu.

Postup

Izolace glycinu

Připravte si sloupec silného kationtového iontoměniče do H^+-cyklu: kolonu s 25 ml silného kationtového iontoměniče promyjte 25 ml 10% HCl a poté vodou do neutrální reakce vytékající kapaliny (kontrola pH-papírkem – malý útržek pH-papírku pomocí pinzety namočte do vytékající kapaliny, a jeho zbarvení porovnejte s barevnou škálou na etiketě na krabičce; použité pH-papírky neodkládejte na plochu digestoře, aby vytékající barvivo neznečistilo pracoviště, ale použijte hodinové sklo nebo na papír). Při promývání kyselinou je třeba udržovat relativně pomalou rychlost průtoku (cca 1 kapku za 1 s), aby se na heterogenním rozhraní ionex/kapalina stíhala ustavovat rovnováha. Promývání vodou lze provádět rychleji. Novou porci vody dolévejte až po úplném vsáknutí předchozí dávky, aby nedocházelo k neustálému rozřeďování roztoku kyseliny nad sloupcem ionexu – vymývání do neutrality by pak trvalo zbytečně dlouho.

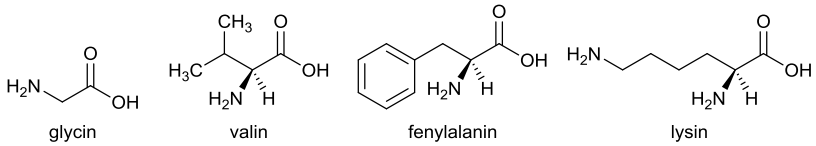
Navážku hydrochloridu glycinu (1,00 g) rozpusťte v cca 10 ml vody. Roztok přeneste pomocí kapátka na sloupec iontoměniče. Opatrným otevřením kohoutu kolony nastavte pomalý průtok (cca 1 kapku za 2 s) a po vsáknutí naneseného roztoku promyjte sloupec vodou do neutrality vytékající kapaliny (odstranění chlorovodíku; eluát jímejte do kádinky nebo Erlenmeyerovy baňky, pH vytékající kapaliny občas kontrolujte malými kousky pH-papírku). Zpočátku dolévejte vodu po malých dávkách pomocí střičky tak, abyste spláchli vnitřní stěny kolony, a další porci vody dolijte vždy až po vsáknutí předchozí dávky. Prvních několik dávek nechejte protékat pomalým průtokem, a poté průtok zvyšte na maximum otevřením kohoutu kolony naplno. Poté eluujte glycin pomocí 100 ml 5% NH_4OH do 250ml kulaté baňky. I v tomto případě zpočátku přidávejte roztok amoniaku po malých dávkách, a novou porci elučního činidla dolévejte až po úplném vsáknutí předchozí dávky, abyste omezili difúzi uvolněné aminokyseliny do sloupce mobilní fáze nad iontoměničem. Eluát odpařte na vakuové odparce do sucha, odparek rozpusťte v malém množství vody a znovu odpařte. Tím odstraníte přebytečný amoniak.

Kolonu promyjte vodou (vypláchnutí zbylého roztoku čpavku z prostoru mezi zrny iontoměniče) a regenerujte do H^+-cyklu promytím 25 ml 10% HCl a poté vodou do neutrality. Během promývání kolony a odpařování eluátu proveďte identifikaci neznámé aminokyseliny – viz níže (nanášení vzorku, vyvíjení destičky, detekce apod., viz **kapitola 4.16.2**).

Odparek rozpusťte přímo v baňce v *minimálním* množství vody. Do kádinky odměřte 80 ml acetonu a roztok izolovaného glycinu přeneste pomocí plastového kapátka z baňky a nakapejte jej do kádinky s acetonem. Produkt odsajte na fritě, promyjte acetonem a vysušte krátkým prosátím vzduchu. Produkt zvažte a spočítejte výtěžek izolace.

Identifikace neznámé aminokyseliny

Pomocí TLC na silikagelu určete, o jakou aminokyselinu se jedná. Jako vzorky naneste na TLC destičku vedle sebe standardy jednotlivých aminokyselin – glycinu, valinu, fenylalaninu a lysinu, a neznámý vzorek.



Pro nanášení jednotlivých standardů na TLC destičku používejte patřičné pipetovací špičky, které jsou vložené v lahvičkách s roztoky standardů, a dbejte, aby nedošlo ke vzájemné

kontaminaci. Pro nanesení neznámého vzorku použijte čistou a suchou pipetovací špičku. Při vyndávání špičky z lahvičky se standardem používejte čistou pinzetu, nikoliv např. kapátko. Ve špičkách je kapilární elevací nasáto dostatečné množství vzorku, není tedy třeba nasávat roztok pipetou ani kapátkem. Potřebné množství kapaliny ve špičce odpovídá výšce hladiny cca 1–2 mm. Nanášené vzorky by po vsáknutí do vrstvy sorbentu měly vytvořit skvrnu o průměru cca 2–3 mm, ne více. Jako mobilní fázi použijte směs EtOH:konc. NH_4OH:H_2O = 150:6:1, detekujte roztokem ninhydrinu. **Před detekcí je třeba pomocí horkovzdušné pistole dokonale odstranit zbytky mobilní fáze obsahující amoniak.** Při detekci si všímejte i případných různých barev/odstínů vybarvovaných skvrn.

Požadavky k uznání úlohy

Zvážený čistý suchý preparát s vypočteným výtěžkem izolace.
Chromatografická destička ukazující identifikaci neznámé aminokyseliny a vypočítané hodnoty retenčního faktoru jednotlivých aminokyselin použitých jako srovnávací standardy.
Protokol o provedené úloze.

5.3 Úloha 3 – Identifikace a stanovení koncentrace organické kyseliny

Úkoly

1. Připravte zásobní roztok hydroxidu sodného a pomocí titrace primárního standardu – dihydrátu kyseliny šťavelové – stanovte jeho přesnou koncentraci.
2. Pomocí acidobazické titrace s vizuální detekcí bodu ekvivalence stanovte celkovou koncentraci protonů v roztoku neznámé organické kyseliny.
3. Pomocí potenciometrické titrace stanovte disociační konstantu pK_{A1} nebo pK_{A2} předložené organické kyseliny. Podle zjištěné hodnoty pK_A identifikujte, jaká kyselina je přítomna ve vzorku, a určete její koncentraci.

Teoretický úvod k úloze

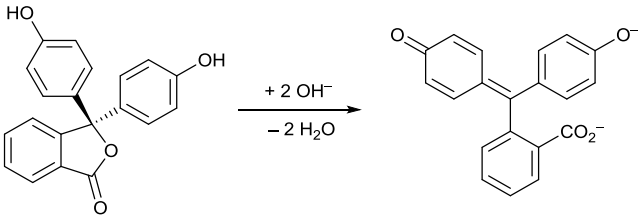
Práce s pH-metrem

Popis pH-metru a práce s ním naleznete v **kapitole 3.5.5**, princip příslušného měření v **kapitole 4.6**. Detailní návod pro použití pH-metru naleznete na pracovním místě.

Acidobazická titrace

Při acidobazické titraci se určuje množství kyseliny přítomné ve vzorku pomocí titrace odměrným roztokem báze (alkalimetrie), nebo se naopak zjišťuje množství báze titrací odměrným roztokem kyseliny (acidimetrie). V této úloze půjde o alkalimetrické stanovení koncentrace neznámé organické kyseliny s využitím fenolftaleinu jako acidobazického indikátoru.

Acidobazickým indikátorem je obecně látka, která se chová jako kyselina nebo báze (tj. během titrace se protonizuje či deprotonizuje), a jejíž různě (de)protonizované formy mají různou barvu. V případě titrace (obecně slabé) organické kyseliny silným alkalickým hydroxidem leží bod ekvivalence[5] v mírně bazickém prostředí, a proto jako indikátor použijete fenolftalein, který vykazuje barevnou změnu při pH ≈ 8,5–10. V případě fenolftaleinu mají formy vyskytující se v kyselém a v bazickém prostředí strukturu znázorněnou na následujícím schématu:



Další podrobnosti o provádění titrací viz **kapitola 4.23**.

Stanovení přesné koncentrace zásobního roztoku

Při stanovení koncentrace (viz **kapitola 4.23.2**) roztoku NaOH na kyselinu šťavelovou dochází k neutralizační reakci:

$$(CO_2H)_2 + 2\ NaOH \longrightarrow (CO_2Na)_2 + 2\ H_2O.$$

Po spotřebování veškeré kyseliny šťavelové pak první přebytek hydroxidu prudce zvýší hodnotu pH a titrovaná směs díky přidanému acidobazickému indikátoru fenolftaleinu, který

[5] V bodě ekvivalence se rovná látkové množství kyseliny látkovému množství báze, tj. formálně se jedná o vodný roztok soli. Nutně však neplatí, že je roztok v bodě ekvivalence neutrální (pH nemusí být rovno 7), neboť vlivem hydrolýzy kationtu či aniontu se nemusí vzájemně rovnat koncentrace H_3O^+ a OH^- iontů.

reaguje na změnu pH, změní barvu z bezbarvé do červenofialové. Vzhledem ke stechiometrii reakce platí v bodě ekvivalence, že látkové množství spotřebovaného hydroxidu je vůči látkovému množství kyseliny šťavelové dvojnásobné, $n(\mathrm{NaOH}) = 2n\{(\mathrm{CO_2H})_2\}$.
Protože navážku kyseliny šťavelové budete znát a použitý objem hydroxidu [spotřebu $V(\mathrm{NaOH})$] odečtete na byretě, můžete snadno spočítat molární koncentraci hydroxidu sodného podle vztahu:

$$c(\mathrm{NaOH}) = \frac{2n\{(\mathrm{CO_2H})_2\}}{V(\mathrm{NaOH})} = \frac{2m\{(\mathrm{CO_2H})_2\}}{M\{(\mathrm{CO_2H})_2\} \cdot V(\mathrm{NaOH})} = \frac{2m\{(\mathrm{CO_2H})_2\}}{126{,}07\ \mathrm{g \cdot mol^{-1}} \cdot V(\mathrm{NaOH})}.$$

Kyselinu šťavelovou budete používat ve formě jejího dihydrátu, a proto je v předchozí rovnici dosazena již odpovídající molární hmotnost. Vzhledem k používané jednotce koncentrace $\mathrm{mol \cdot dm^{-3}}$ je nutné před dosazením do předchozího vzorce převést objem na jednotky $\mathrm{dm^3}$.

Acidobazické rovnováhy
Arrheniovy (a Brønstedovy) kyseliny ve vodném roztoku podléhají disociaci podle rovnice:

$$\mathrm{HA + H_2O \rightleftharpoons H_3O^+ + A^-}$$

(zkráceně též $\mathrm{HA \rightleftharpoons H^+ + A^-}$).
Pro danou rovnovážnou reakci lze definovat odpovídající *disociační konstantu* K_A:

$$K_\mathrm{A}(\mathrm{HA}) = \frac{[\mathrm{H^+}] \cdot [\mathrm{A^-}]}{[\mathrm{HA}]}.$$

Obecně lze definovat disociační konstantu pro libovolný *n*-tý stupeň *m*-sytné kyseliny $\mathrm{H}_m\mathrm{A}$ jako:

$$K_\mathrm{A}\left(\mathrm{H}_n\mathrm{A}^{(m-n)-}\right) = \frac{[\mathrm{H^+}] \cdot [\mathrm{H}_{n-1}\mathrm{A}^{(m-n+1)-}]}{[\mathrm{H}_n\mathrm{A}^{(m-n)-}]}.$$

Hodnoty disociačních konstant mohou být různého řádu, a proto se z praktického hlediska udávají a tabelují v podobě svých záporných dekadických logaritmů, $-\log K_\mathrm{A} = \mathrm{p}K_\mathrm{A}$. Pokud je kyselina ve vodném roztoku téměř zcela disociována, tj. rovnováha ve výše uvedené rovnici je významně posunuta ve prospěch produktů $\mathrm{H^+}$ a $\mathrm{A^-}$, je náhledem na definici disociační konstanty zřejmé, že hodnota $K_\mathrm{A} >> 1$, a hodnota $\mathrm{p}K_\mathrm{A}$ je tudíž záporná. K nejsilnějším kyselinám patří $\mathrm{HClO_4}$ a HI, které mají $\mathrm{p}K_\mathrm{A} \approx -10$. Oproti tomu kyseliny, které jsou disociovány jen v malé míře – tj. výše uvedená rovnováha je posunuta ve prospěch nedisociované formy HA, mají $K_\mathrm{A} << 1$, a hodnota jejich $\mathrm{p}K_\mathrm{A}$ je kladná. Vzhledem k množství existujících kyselin je škála hodnot $\mathrm{p}K_\mathrm{A}$ plynulá. Kyseliny s $\mathrm{p}K_\mathrm{A} < 2$ se označují jako silné, kyseliny s $\mathrm{p}K_\mathrm{A}$ v rozmezí 2–4 jako středně silné, v rozmezí $\mathrm{p}K_\mathrm{A} = 4$–9 jako slabé, a s $\mathrm{p}K_\mathrm{A} > 9$ jako velmi slabé. Čím nižší je tedy hodnota $\mathrm{p}K_\mathrm{A}$, tím větší je síla kyseliny a tím více je tedy daná kyselina ve vodném roztoku disociována.
Zlogaritmováním vztahu pro disociační konstantu získáme vztah:

$$\log K_\mathrm{A}(\mathrm{HA}) = \log[\mathrm{H^+}] + \log[\mathrm{A^-}] - \log[\mathrm{HA}],$$

a tedy

$$\mathrm{pH} = \mathrm{p}K_\mathrm{A} + \log\frac{[\mathrm{A^-}]}{[\mathrm{HA}]}.$$

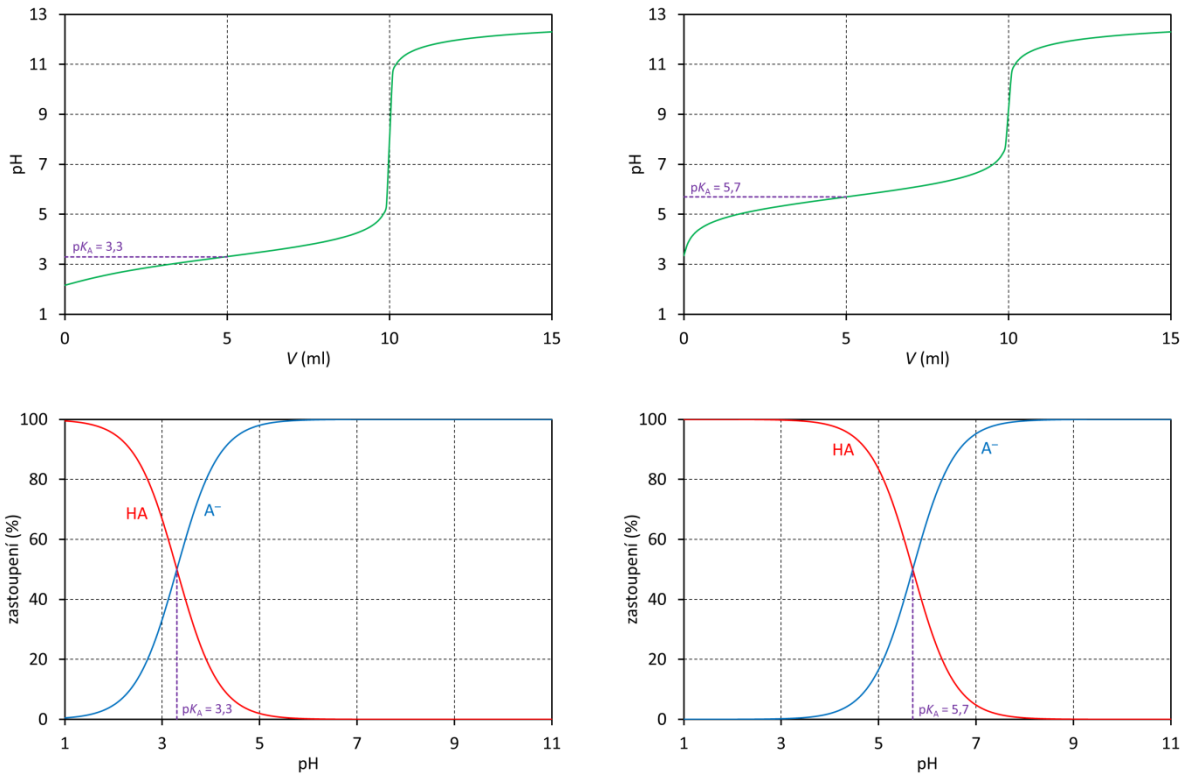
Daný vztah se označuje jako *Hendersonova-Hasselbalchova rovnice* a nachází široké uplatnění v analytické chemii. Je zřejmé, že pokud se koncentrace disociované a nedisociované formy kyseliny rovnají, jejich podíl je roven jedné, a logaritmický člen z předchozí rovnice je roven nule. Potom platí, že $\mathrm{pH} = \mathrm{p}K_\mathrm{A}$.
Organické kyseliny typicky patří mezi kyseliny slabé. V takovém případě lze koncentraci disociované formy $\mathrm{A^-}$ vzniklé přímou disociací HA oproti koncentraci nedisociované formy HA zcela zanedbat. Při postupném přidávání báze do roztoku HA je tak generována částice $\mathrm{A^-}$ pouze v takovém množství, kolik bylo přidáno báze, podle rovnice:

$$\mathrm{HA + OH^- \rightleftharpoons H_2O + A^-},$$

tj. $[A^-] = [OH^-]$. Podmínka $[HA] = [A^-]$ je tedy splněna v případě, kdy je k roztoku kyseliny HA přidána přesně polovina roztoku báze nutné k celkové neutralizaci (polovina kyseliny je tedy zneutralizována na sůl A^-, a druhá polovina zůstává v podobě HA). Pro slabé kyseliny (a **pozor, pouze! pro slabé kyseliny**) pak platí:

$$pK_A = \text{pH při spotřebě } \tfrac{1}{2}V(\text{ekv.}).$$

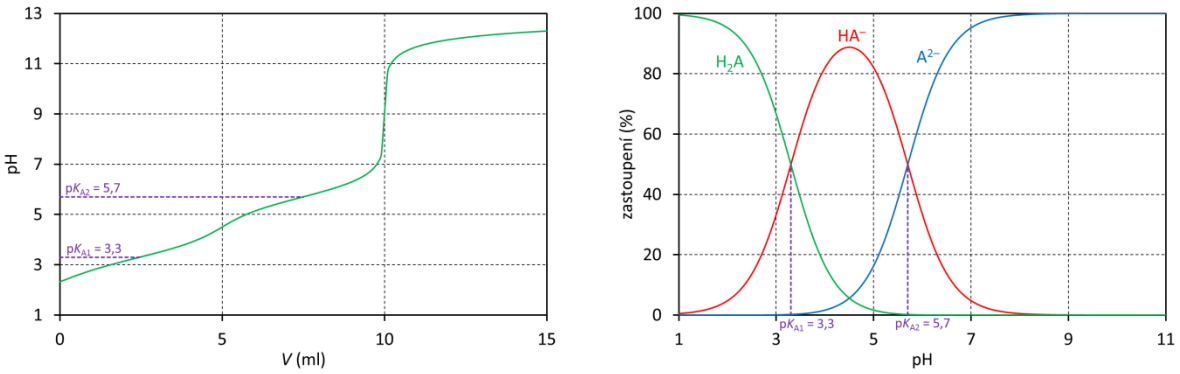
Typický průběh alkalimetrické titrace slabé kyseliny je ukázán na **Obr. 49**. Pokud je k roztoku slabé kyseliny přidávána báze, dochází k postupné neutralizaci a pH roztoku se zvyšuje jen zvolna. Adekvátně tomu se postupně zvyšuje koncentrace A^-. Tato oblast titrační křivky se označuje jako oblast *pufrační* – rozpuštěná látka pufruje (tlumí) – tzn. s přídavkem titračního činidla (obecně kyseliny nebo báze) se pH směsi mění jen nepatrně. V oblasti kolem bodu *ekvivalence* – tj. bodu, kde přidané látkové množství báze odpovídá předloženému látkovému množství kyseliny – se směrnice titrační křivky významně zvyšuje, a v oblasti velkého nadbytku báze se pH opět mění jen zvolna. Podle vztahu odvozeného výše platí, že pH v polovině spotřeby báze nutné k celkové neutralizaci odpovídá hodnotě pK_A. Proto lze v případě jednosytné slabé kyseliny odečíst hodnotu jejího pK_A přímo z titrační křivky jako hodnotu pH v bodě odpovídajícím polovině spotřeby k neutralizaci (tj. v polovině objemu vzhledem k bodu ekvivalence). Z **Obr. 49** je taktéž zřejmé, že nejmenší směrnici má titrační křivka v oblasti (a tedy největší pufrační kapacitu má roztok) s hodnotou pH blízkou hodnotě pK_A. Ve vypočteném distribučním diagramu je dále vidět, že při $pH = pK_A$ si jsou koncentrace HA a A^- rovny.



Obr. 49. Titrační křivka titrace slabé jednosytné kyseliny HA silnou zásadou (nahoře), a distribuce částic HA a A^- v závislosti na pH (dole). Obrázky v levém sloupci byly nasimulovány pro hodnotu $pK_A = 3{,}3$, obrázky vpravo pro hodnotu $pK_A = 5{,}7$. Pro simulaci titračních křivek byly použity $c(HA) = 0{,}1$ M a $V(HA) = 10$ ml, titračním činidlem byl roztok NaOH o koncentraci 0,1 M. K ekvivalenci tedy dochází při přídavku 10 ml odměrného roztoku.

Při titraci vícesytné kyseliny je situace mírně komplikovanější. S hodnotou pK_{A1} nejprve dochází k neutralizaci (odštěpování) prvního protonu z elektroneutrální molekuly kyseliny, poté s hodnotou pK_{A2} dochází k odštěpení druhého protonu, třetí proton se odštěpuje s pK_{A3}

atd. Obecně platí, že: $pK_{A1} < pK_{A2} < pK_{A3}$ ..., neboť druhý proton je navázán na jednomocný anion, a je tedy ke zbytku kyseliny elektrostaticky přitahován více než první proton, který je vázán v elektroneutrální molekule. Stejně tak je třetí proton poután silnější elektrostatickou interakcí, než byl poután druhý proton atd. Jelikož pK_{An} odpovídá pH, při kterém je daný disociační stupeň disociován/zneutralizován přesně z poloviny, je zjevné, že k odštěpení druhého protonu nutně dochází až při vyšším pH než k odštěpení prvního protonu atd. Pokud je rozdíl mezi pK_A sousedních disociačních stupňů dostatečný, na titrační křivce se objeví postupné ekvivalence v podobě vln, jak je ukázáno na **Obr. 50**. Postupná deprotonizace molekuly dvojsytné kyseliny se zvyšujícím se pH je zjevná i z měnícího se zastoupení částic ukázaném v distribučním diagramu na **Obr. 50**.



Obr. 50. Titrační křivka titrace slabé dvojsytné kyseliny H_2A silnou zásadou (vlevo), a distribuce částic H_2A, HA^- a A^{2-} v závislosti na pH (vpravo). Obrázky byly nasimulovány pro hodnoty $pK_{A1} = 3{,}3$ a $pK_{A2} = 5{,}7$. Pro simulaci titrační křivky byly použity $c(H_2A) = 0{,}05$ M a $V(H_2A) = 10$ ml, titračním činidlem byl roztok NaOH o koncentraci 0,1 M. Při přídavku 5 ml je tedy dosaženo zneutralizování H_2A na HA^-, a při přídavku 10 ml dochází k celkové neutralizaci za vzniku A^{2-}.

Z hlediska Brønstedovy teorie kyselin a zásad lze i na protonizované báze HB^+ nahlížet formálně jako na kyseliny. Proto lze definovat disociační konstanty i pro látky bazické. Odpovídající rovnovážnou reakcí je pak:

$$HB^+ \rightleftharpoons H^+ + B,$$

a disociační konstanta je dána vztahem:

$$K_A(HB^+) = \frac{[H^+] \cdot [B]}{[HB^+]}.$$

Postup

Příprava odměrného roztoku hydroxidu sodného

Připravte 250 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci přibližně 0,1 mol·dm^{-3} (viz **kapitola 4.23.1**): vypočítejte odpovídající množství hydroxidu a odvažte jej na předvážkách do kádinky. Odvážený hydroxid rozpusťte v ≈50 ml vody a roztok přelijte do 250ml odměrné baňky. Baňku doplňte destilovanou vodou po rysku, zazátkujte a obsah **důkladně promíchejte** několikanásobným překlopením baňky.

Stanovení přesné koncentrace odměrného roztoku hydroxidu

Na lodičce přesně odvažte asi 0,1 g dihydrátu kyseliny šťavelové (M = 126,07 g·mol^{-1}). Obrat „přesně ... asi“ míní přibližně tuto hodnotu, ale s maximální možnou přesností – v tomto případě tedy **dihydrát kyseliny šťavelové važte na analytických vahách s přesností na desetitisícinu gramu**. Odváženou kyselinu sklepněte do titrační baňky a zbytky pečlivě spláchněte proudem destilované vody ze střičky – tím jste navážku *kvantitativně převedli* do titrační baňky. Navážku rozpusťte v cca 50 ml destilované vody a přidejte několik kapek

roztoku fenolftaleinu.
Připraveným odměrným roztokem hydroxidu naplňte byretu (roztok nalévejte do byrety pomocí malé nálevky a pomalu tak, aby nedocházelo k vytvoření vzduchových bublin na vnitřních stěnách byrety; pod byretou mějte postavenu kádinku). Nálevku po dolití byrety vyndejte (případné dodatečné kapky ukápnuté ze stonku nálevky do byrety by vám zkreslily vlastní stanovení objemu) a poté hladinu titračního činidla opatrně odpusťte na nulu (tak aby se meniskus kapaliny dotýkal rysky označené nulou, viz **kapitola 4.3**). Titrujte navážku kyseliny v titrační baňce do prvního trvalého fialového zbarvení směsi. Zpočátku se bude směs zabarvená v místě dopadu titračního činidla do baňky rychle odbarvovat, a během titrace se toto odbarvování zpomalí. Proto ke konci přidávejte titrační roztok po kapkách za současného intenzivního míchání. Těsně před koncem titrace (když už je odbarvování směsi velmi pomalé) spláchněte kapky ulpělé na stěnách titrační baňky vodou ze střičky. V ideálním případě se obsah baňky trvale zabarví po přídavku jediné kapky titračního činidla. Odečtěte spotřebu titračního činidla a spočítejte koncentraci hydroxidu. Stanovení koncentrace proveďte ještě dvakrát a vypočítané hodnoty koncentrací zprůměrujte. Za přesnou koncentraci titračního hydroxidu berte průměrnou hodnotu. Pokud se některá z vypočtených hodnot liší od ostatních o více než ±1 %, stanovení zopakujte ještě jednou a odlehlou hodnotu při průměrování neuvažujte. **Neprůměrujte navážky a spotřeby** – tím můžete do svého výpočtu zahrnout i odlehlý výsledek titrace a výsledná hodnota koncentrace nebude odpovídat skutečnosti.

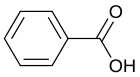
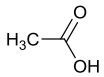
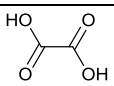
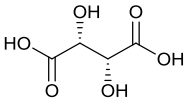
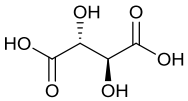
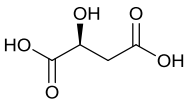
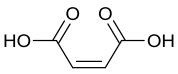
Stanovení celkové koncentrace protonů v roztoku neznámé organické kyseliny
Do titrační baňky odpipetujte přesně 20,0 ml předloženého roztoku neznámé organické kyseliny, vzorek nařeďte dalšími cca 30 ml vody a přidejte několik kapek roztoku fenolftaleinu. Titrujte připraveným odměrným roztokem NaOH podle postupu popsaného výše. Stanovení koncentrace proveďte ještě dvakrát a vypočítejte průměrnou spotřebu V_{eq} (v tomto případě můžete naměřené hodnoty zprůměrovat, neboť odpipetovaná množství vzorku byla pro všechny titrace stejná, na rozdíl od faktorizace, kde byly jednotlivé navážky kyseliny šťavelové různé a proto bylo možné srovnat až výslednou koncentraci, viz upozornění výše). Pokud se některá z naměřených spotřeb liší od ostatních o více než ±1 %, stanovení zopakujte ještě jednou a odlehlou hodnotu při průměrování neuvažujte. Z hodnoty průměrné spotřeby vypočítejte celkovou koncentraci protonů.

Kalibrace pH-metru
Elektrodu – omytou destilovanou vodou a opatrně osušenou buničinou – ponořte do neutrálního pufru o známé hodnotě pH, a nastavte konstantní člen lineární závislosti pH na napětí (knoflíkem „Offset“) tak, aby se na displeji zobrazila daná hodnota pH. Poté elektrodu důkladně opláchněte destilovanou vodou, osušte buničinou a vložte do kyselého pufru. Zobrazení požadovaného pH na displeji docilte tentokrát nastavením směrnice (knoflíkem „Slope“). Opětovným ponořením elektrody do neutrálního pufru a změřením hodnoty pH ověřte, že kalibrace byla provedena správně (tolerance odchylky od původně nastavené hodnoty pH je ±0,02). Elektrodu držte vždy ve svislé poloze a nikdy ji nenechávejte zbytečně na vzduchu – po skončení měření ji vložte do zkumavky s vodou.

Stanovení disociační konstanty a identifikace neznámé organické kyseliny
Do malé kádinky odpipetujte přesně 20,0 ml předloženého roztoku neznámé organické kyseliny, a vzorek nařeďte dalšími cca 10 ml vody. Do roztoku vložte malé magnetické míchadlo a kádinku postavte na magnetickou míchačku. Čerstvě okalibrovanou elektrodu opláchněte vodou a opatrně osušte buničinou. Ponořte ji do roztoku vzorku neznámé organické kyseliny. Pokud není hladina roztoku dostatečně vysoko k ponoření frity (můstku)

referenční elektrody, nařeďte roztok v kádince dalším přídavkem destilované vody ze střičky tak, aby byla frita pod hladinou (viz **kapitola 4.6**). *Při vkládání elektrody do roztoku dejte pozor na případný kontakt míchadla se skleněnou baničkou elektrody; ta je velmi tenká a míchadlo ji může snadno prorazit.* Odečtěte hodnotu pH. Do titrovaného roztoku přidejte z byrety 1,00 ml odměrného roztoku NaOH. Po ustálení hodnoty zobrazované pH-metrem odečtěte hodnotu pH. Takto postupně měřte pH titrované směsi vždy po přidání nové dávky 1,00 ml hydroxidu až do celkového objemu, který je o 5 ml menší, než byl objem potřebný k celkové neutralizaci kyseliny zjištěný při titraci s vizuální detekcí s použitím fenolftaleinu (V_{eq}, viz výše). V oblasti ±5 ml kolem bodu ekvivalence (tj. v rozmezí od $V_{eq} - 5$ ml do $V_{eq} + 5$ ml) snižte přídavek hydroxidu na 0,50 ml. Poté zvyšte přídavek opět na 1,00 ml a titrujte až do spotřeby, která převyšuje bod ekvivalence V_{eq} o 15,0 ml. Vyneste titrační křivku (tj. závislost pH na objemu přidaného roztoku NaOH) a podle jejího tvaru určete, zda je předložená kyselina jednosytná nebo dvojsytná. V případě, že se jedná o jednosytnou kyselinu, odečtěte hodnotu pK_A jako pH v polovině spotřeby k ekvivalenci, tj. v bodě $V_{eq}/2$ (viz **Obr. 49**). V případě, že je vzorkem kyselina dvojsytná, odečtěte hodnotu pK_{A2} jako pH v bodě $3V_{eq}/4$, viz **Obr. 50** (hodnota pK_{A1} v tomto případě nelze z titrační křivky odečíst, neboť použité organické kyseliny jsou v prvním disociačním stupni příliš silné a nesplňují tak nutnou podmínku $[HA^-] = [OH^-]$ rozebranou v teoretickém úvodu). Porovnáním odečtené hodnoty s hodnotami uvedenými v **Tab. 2** identifikujte, o kterou organickou kyselinu se jedná, a z koncentrace protonů zjištěné při titraci s vizuální detekcí vypočítejte koncentraci kyseliny (nezapomeňte vzít v potaz případnou dvojsytnost kyseliny).

Tab. 2. Hodnoty pK_A vybraných organických kyselin.

kyselina		pK_{A1}	pK_{A2}
mravenčí		3,75	–
benzoová		4,21	–
octová		4,76	–
šťavelová		1,25	3,92
L-(+)-vinná (2*R*,3*R*)		2,89	4,40
meso-vinná (2*R*,3*S*)		3,22	4,85
jablečná		3,26	5,21
maleinová		1,90	6,07

Požadavky k uznání úlohy

Vynesená titrační křivka (závislost pH na přídavku odměrného roztoku hydroxidu).
Z titrační křivky odečtená hodnota pK_A neznámé organické kyseliny.
Identifikace neznámé organické kyseliny a její vypočítaná koncentrace.
Protokol o provedené úloze.

5.4 Úloha 4 – Stanovení teploty tání

Úkoly

1. Stanovte teplotu tání předložených vzorků A a B. Na základě naměřených hodnot určete, o jaké látky se jedná.
2. Stanovte teplotu tání směsí látek A a B s hmotnostním obsahem látky A 10, 25, 50, 75 a 90 % (obsah látky B je komplementární, tj. 90, 75, 50, 25 a 10 %).

Teoretický úvod k úloze

Práce s bodotávkem

Popis bodotávku a práce s ním naleznete v **kapitole 3.5.7**, princip příslušného měření v **kapitole 4.18**. Detailní návod pro použití bodotávku naleznete na pracovním místě.

Postup

Stanovení teploty tání neznámých vzorků a jejich směsí

Pro měření teploty tání je i vlhkost nežádoucí příměsí, proto rozetřené vzorky, se kterými právě nepracujete, skladujte v exsikátoru.

Do čisté a suché třecí misky vpravte cca 200 mg vzorku A, dobře jej rozetřete a po rozprostření na malou Petriho misku nebo hodinové sklíčko uložte do exsikátoru. Třecí misku pečlivě vyčistěte teplou vodou a osušte, a postup opakujte se 200 mg vzorku B; dbejte na to, aby nedošlo ke vzájemné kontaminaci látek. Nezapomeňte Petriho misky/hodinová skla také označit, aby nedošlo k záměně. Vzorky ponechejte v exsikátoru do té doby, než je budete dále odvažovat nebo začnete plnit do kapilár. Z rozetřených vzorků A a B odvažte na označená hodinová sklíčka následující směsi podle **Tab. 3** (obě látky tvořící směs přijdou na totéž sklíčko). Navažujte s přesností na desetiny miligramu, a reálné navážky pak použijte pro výpočet přesného složení směsi [např. pokud navážíte 4,7 mg látky A a 46,2 mg látky B, budete při výnosu do grafu uvažovat složení w(A) = 100 % · 4,7 / (4,7 + 46,2) = 9,2 % místo 10 %; ve složení vzorků byste se však neměli od hodnot předepsaných v **Tab. 3** odchýlit o více než 5 %].

Tab. 3. Navážky látek ve směsných vzorcích pro stanovení teploty tání.

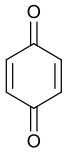
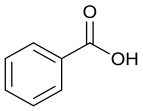
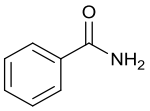
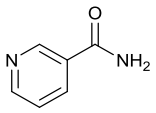
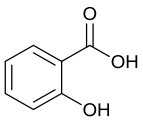
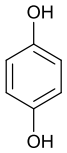
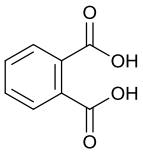
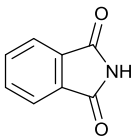
vzorek	hmotnost A	hmotnost B
10 % A	5 mg	45 mg
25 % A	10 mg	30 mg
50 % A	10 mg	10 mg
75 % A	30 mg	10 mg
90 % A	45 mg	5 mg

Každou směs sklepněte do čisté a suché třecí misky a důkladně rozetřete – směs je nutné pečlivě zhomogenizovat. Každým vzorkem (čisté látky A a B a jejich směsi s obsahem 10, 25, 50, 75 a 90 % látky A) naplňte 2 kapiláry. Otevřeným koncem kapiláry naberte malá množství práškového vzorku a po mírném sklepání nechejte kapiláru několikrát (asi 3×) volně padat na tvrdou podložku (podlahu) svisle postavenou skleněnou trubicí dlouhou asi 1 m. Vzorek látky se tak setrvačností napěchuje do malého objemu na dně kapiláry (zhutní se) a bude se stejnoměrně prohřívat. Sloupeček vzorku v kapiláře by měl být vysoký asi 2 mm. Zbytek rozetřených směsí uchovejte na jejich hodinových sklíčcích pro případné další použití (přeměření). Mezi roztíráním jednotlivých vzorků misku vždy pečlivě vyčistěte a vysušte.

U připravených vzorků stanovte na bodotávku teplotu tání. Nejdříve nastavte rychlost ohřevu na 5 °C·min^{-1} a při této rychlosti stanovte přibližnou teplotu tání všech smíchaných vzorků i čistých látek (pro každý vzorek použijte jednu z kapilár). Poté změňte gradient ohřevu na

1 °C·min^{-1} a stanovte přesnou teplotu tání jednotlivých vzorků; pro urychlení práce nastavte počáteční teplotu ohřevu cca 10 °C pod přibližnou teplotou tání nejníže tajícího vzorku. Jednotlivá stanovení provádějte až po dostatečném ochlazení bodotávku.
Teploty tání všech vzorků (tj. včetně čistých látek A a B) vyneste graficky jako funkci složení směsi (tj. na ose *x* vyznačte hmotnostní zlomek látky A ve vzorku ve škále 0–100 %, na osu *y* vyneste naměřenou teplotu tání; podobný typ grafu je uveden na **Obr. 33** v **kapitole 4.14.2**).
Zbytky vzorků vsypte do sběrné nádoby. **Zásadně je nesmíte vracet zpět do zásobní láhve.**
Podle zjištěných teplot tání čistých látek A a B tyto látky identifikujte srovnáním s hodnotami uvedenými v **Tab. 4**.

Tab. 4. Teploty tání možných sloučenin – vzorků A a B.

sloučenina		t_t (°C)
benzochinon		115
kyselina benzoová		122
benzamid		128
nikotinamid		130
kyselina salicylová		158
hydrochinon		172
kyselina ftalová		207
ftalimid		238

Požadavky k uznání úlohy
Identifikace látek A a B.
Graf závislosti teploty tání na složení směsi látek A a B.
Protokol o provedené úloze.

5.5 Úloha 5 – Spektrofotometrická kvantitativní analýza

Úkoly

1. Sestrojte kalibrační křivku pro spektrofotometrické stanovení koncentrace měďnatých iontů.
2. Stanovením obsahu mědi v neznámém pevném materiálu identifikujte, o jakou sloučeninu se jedná.

Teoretický úvod k úloze

Měření absorbance

Princip práce se spektrofotometrem a teoretické pozadí úlohy viz **kapitoly 3.5.9** a **4.25**. Detailní návod pro použití spektrofotometru naleznete na pracovním místě.

Spektrofotometrické stanovení koncentrace

Koncentraci měďnatých iontů v roztoku neznámé látky stanovíte spektrofotometricky na základě Lambertova-Beerova zákona (viz **kapitola 4.25.2**). Srovnáním absorbance neznámého vzorku a kalibrační křivky (tj. závislosti absorbance na koncentraci – přímky popsané Lambertovým-Beerovým zákonem) sestrojené pomocí roztoků modré skalice (pentahydrátu síranu měďnatého) o známé koncentraci pak snadno zjistíte koncentraci v roztoku neznámého vzorku. Pro tento účel je nutné převést volný měďnatý ion (resp. aqua-ion), který ve viditelné oblasti světla absorbuje jen velmi slabě, na tetraamminměďnatý komplexní kation, jehož extinkční koeficient je podstatně vyšší. Proto budete k jednotlivým měřeným roztokům přidávat nadbytek vodného roztoku amoniaku.

Postup

Příprava standardních roztoků modré skalice

Definovaným ředěním zásobního roztoku modré skalice (c = 0,150 M) připravte 5 roztoků o koncentracích 0,005, 0,010, 0,015, 0,020 a 0,025 M a objemu 10 ml: zásobní roztok odlijte do čisté a suché kádinky a jeho vypočtená množství odpipetujte pomocí nastavitelné 1ml (případně 5ml) automatické pipety přímo do 10ml odměrných baněk a doplňte destilovanou vodou po rysku (jednotlivé odměrné baňky si pečlivě označte CuA–CuE). Roztoky v odměrných baňkách *důkladně promíchejte*. Pokud krok pipety neumožní nastavení přesně požadovaného objemu, nastavte nejbližší možnou hodnotu objemu a přesnou koncentraci vzorku vypočítejte. Například:

K přípravě 10,0 ml 0,0100M roztoku je třeba odpipetovat takový objem zásobního 0,150M roztoku, aby se látkové množství $CuSO_4$ v obou případech rovnalo, tedy:

$$n(CuSO_4) = c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$
$$(0{,}010\ \text{M}) \cdot (10{,}0\ \text{ml}) = (0{,}150\ \text{M}) \cdot V_2$$
$$V_2 = 0{,}667\ \text{ml}.$$

Nejbližší hodnota nastavitelná na automatické pipetě je však 0,650 ml, proto odpipetujte do 10ml odměrné baňky toto množství, a přesná koncentrace bude tudíž:

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} = \frac{0{,}150\ \text{M} \cdot 0{,}650\ \text{ml}}{10{,}0\ \text{ml}} = 0{,}00975\ \text{M}.$$

Podobně vypočítejte i ostatní potřebná množství zásobního roztoku.

Připravené standardní roztoky přelijte do čistých a suchých lékovek, označených fixem jako CuA–CuE. Pomocí automatické pipety odměřte 5,00 ml roztoku standardů a přeneste je do nových čistých a suchých lékovek označených CuST1–CuST5. K těmto roztokům přidejte 1,00 ml 5% vodného amoniaku (na všechna pipetování amoniaku používejte 1ml automatickou pipetu). Lékovky uzavřete a jejich obsah řádně promíchejte. Připravte si referenční roztok – do lékovky označené REF odpipetujte 5,00 ml destilované vody a 1,00 ml

5% vodného amoniaku, lékovku uzavřete a obsah promíchejte.

Příprava roztoku neznámého vzorku
Na lodičce přesně odvažte asi 75 mg neznámého pevného vzorku. Obrat „přesně ... asi“ míní přibližně tuto hodnotu, ale s maximální možnou přesností – v tomto případě tedy **navažujte neznámý vzorek na analytických vahách s přesností na desetitisícinu gramu**. Pevný vzorek spláchněte (použijte skleněnou nálevku) malým množstvím vody ze střičky do čisté 25ml odměrné baňky a rozpusťte. Doplňte objem roztoku v odměrné baňce po rysku, baňku zazátkujte a obsah **důkladně promíchejte** několikanásobným překlopením baňky. Část roztoku odlijte do čisté a suché lékovky. Pomocí automatické pipety odměřte 5,00 ml tohoto roztoku do nové čisté a suché lékovky označené CuVZ. K odměřenému množství roztoku vzorku přidejte pomocí 1ml automatické pipety 1,00 ml 5% vodného amoniaku, lékovku uzavřete a obsah promíchejte.

Zjištění optimální vlnové délky pro měření
Vypláchněte dvě kyvety – nejprve vodou, a poté referenčním roztokem (REF). Do kyvet nalijte referenční roztok. Kyvety plňte pomocí plastového kapátka tak, aby hladina kapaliny byla ≈6 mm pod jejich horním okrajem. Kyvety vložte do vzorkového prostoru – jednu do dráhy paprsku označené „M“ („measure“), druhou do dráhy paprsku „R“ („reference“). Pozor na orientaci kyvet – dbejte na to, aby byly kyvety orientovány do dráhy paprsku leštěnou stranou. Změřte tzv. základní linii („baseline“, „blank“) v rozsahu 450–750 nm s krokem 1 nm – tj. porovnáte proti sobě absorbanci kyvet naplněných shodným rozpouštědlem, čímž se v přístroji nastaví hodnota „nulové“ absorbance. Kyvetu z držáku „M“ pečlivě vyprázdněte a vypláchněte 2× prvním měřeným roztokem, kterým bude standard připravený z nejkoncentrovanějšího zásobního roztoku modré skalice. Kyvetu naplňte měřeným roztokem standardu a vložte zpět do držáku.
Proměřte spektrum amoniakálního roztoku modré skalice (tj. síranu tetraamminměďnatého) za stejných podmínek, jako byl změřen „blank“ (tj. v rozsahu 450–750 nm s krokem 1 nm). Pozorovaná absorbance je přístrojem automaticky vynášena jako funkce vlnové délky (tj. jako *absorpční spektrum*). Data exportujte do formátu ASCII nebo CSV a výstupní soubor zpracujte pomocí vhodného tabulkového editoru (Excel, Origin apod.). *Spektrum tvoří povinnou součást protokolu.* Optimální vlnovou délkou pro další měření je vlnová délka absorpčního maxima – při této vlnové délce je absolutní odezva přístroje na změnu koncentrace největší.

Sestrojení kalibrační křivky (přímky)
Změřte absorbanci jednotlivých standardů při vlnové délce absorpčního maxima. Změřte nejprve absorbanci nejkoncentrovanějšího standardu. Kyvetu se standardem poté vyprázdněte, vypláchněte 2× novým měřeným roztokem o nejbližší nižší koncentraci, naplňte kyvetu, změřte, a podobně postupujte pro ostatní roztoky podle klesající koncentrace (tím se omezí případná chyba vzniklá postupným vyplachováním starých standardů a výměnou za nové). Pro kontrolu během praktika vyneste na milimetrový papír závislost nalezených absorbancí standardů na jejich koncentraci a body odhadem proložte přímkou.
Do protokolu sestrojte kalibrační přímku s pomocí vhodného tabulkového editoru. Zde máte navíc výhodu automatického výpočtu parametrů regresní přímky; např. pro zpracování v Excelu označte v grafu kalibrační křivky řadu experimentálních dat, a pomocí menu zobrazeného pravým tlačítkem myši zvolte „Přidat spojnici trendu“ a vložte přímku lineární regrese; parametry přímky lze zobrazit po editaci dialogového okna „Formát spojnice trendu“ v záložce „Možnosti spojnice trendu“ zaškrtnutím voleb „Zobrazit rovnici v grafu“ a „Zobrazit hodnotu spolehlivosti *R*“. Z rovnice regrese pak lze přesně dopočítat koncentraci

roztoku neznámého vzorku. *Kalibrační přímka je povinnou součástí protokolu.* Přímka by měla procházet bodem [0,0], neboť absorbance roztoku s nulovou koncentrací stanovované látky je nulová. Proto nastavte, aby kalibrační přímka procházela bodem [0,0] (nastavení v dialogovém okně „Hodnota $Y = 0{,}0$“).

Stanovení koncentrace měďnatého iontu v roztoku neznámé látky a její identifikace
Při vlnové délce absorpčního maxima změřte absorbanci roztoku neznámého vzorku CuVZ (při měření absorbance roztoku neznámé látky samozřejmě postupujte stejně jako při přípravě standardních roztoků, tj. připravte roztok neznámého vzorku s definovaným přídavkem roztoku amoniaku). Ze zjištěné hodnoty absorbance určete pomocí kalibrační přímky koncentraci měďnatých iontů v neznámém vzorku. Ze zjištěné koncentrace a z hodnoty navážky určete hmotnostní zlomek mědi v neznámém vzorku a molární hmotnost neznámého vzorku. S pomocí údajů uvedených v **Tab. 5** identifikujte neznámý vzorek. Při zpracování protokolu určete koncentraci měďnatých iontů přesněji z rovnice lineární regrese a výsledky obou přístupů vyhodnocení dat porovnejte.

Tab. 5. Možné vzorky měďnatých solí.

sloučenina	w_{Cu} (%)	M_r
$CuCl_2 \cdot 2H_2O$	37,28	170,48
$Cu(CH_3CO_2)_2 \cdot H_2O$	31,83	199,65
$CuBr_2$	28,45	223,35
$CuSO_4 \cdot 5H_2O$	25,45	249,68

Požadavky k uznání úlohy
Absorpční spektrum síranu tetraamminměďnatého (amoniakálního roztoku modré skalice).
Kalibrační křivka – závislost absorbance standardů na jejich koncentraci – s vypočtenou hodnotou extinkčního koeficientu.
Vypočtená přesná molární koncentrace neznámého vzorku.
Identifikace neznámého vzorku.
Protokol o provedené úloze.

5.6 Úloha 6 – Elektrolytická preparace a elektrogravimetrie

Úkoly

1. Anodickou oxidací roztoku síranu draselného v kyselině sírové připravte peroxodisíran draselný a proveďte s ním reakce podle návodu.
2. Galvanickým pokovením naneste na kovovou katodu povrchovou vrstvu mědi; přitom ověřte platnost Faradayova zákona stanovením relativní atomové hmotnosti mědi.
3. Poměděnou katodu použijte pro elektrogravimetrické stanovení molární koncentrace niklu v neznámém roztoku.

Teoretický úvod k úloze

Elektrochemické reakce

Teoretický úvod k elektrochemickým reakcím viz **kapitola 4.24**.

Odsávání na fritě

Popis této techniky viz **kapitola 4.12.2**.

Elektrolytická preparace

Prováděná preparace je typický příklad elektrolytické oxidace (anodické oxidace). Anodu tvoří platinový plíšek, roztokem elektrolytu je nasycený roztok síranu draselného v 41% kyselině sírové. Průchodem elektrického proudu dochází k reakci:

$$2\ SO_4^{2-} \longrightarrow S_2O_8^{2-} + 2\ e^-.$$

Galvanické pokovování

Při galvanickém pokovování pokryjete katodu – kovový plíšek – vrstvou mědi. Pokovování budete provádět po určitou dobu při konstantním proudu, proto budete znát celkový náboj prošlý systémem. Po zjištění hmotnosti vyloučené mědi tak budete moci z Faradayova zákona určit její atomovou hmotnost (viz **kapitola 4.24.1**).

Elektrogravimetrie

Poměděnou katodu použijete pro elektrogravimetrické stanovení niklu. Po zvážení vyloučeného povlaku niklu po ukončení elektrolýzy zjistíte jeho množství v původním vzorku.

Postup

Příprava peroxodisíranu draselného

Sestavte aparaturu podle nákresu na **Obr. 51**. Spodní díl elektrolyzéru (tedy nádobku se zábrusovým hrdlem) upněte těsně pod zábrusem pomocí klemy s křížovou svorkou ke stojanu. Posunováním křížové svorky po tyči stojanu nádobku umístěte do Dewarovy nádoby co nejníže. *Při manipulaci pozor na poškození dna a stěn Dewarovy nádoby.* Zábrus namažte silikonovým tukem, aby se po uzavření aparatury nezapekl (tyčinkou naneste po délce zábrusu jednu plynulou čáru tuku; tuk se mezi vnitřním jádrem a vnějším pláštěm později rozmaže po uzavření a pootočení pláště, viz **kapitola 3.1.1**).

Poté požádejte laboranty o vydání roztoku elektrolytu, suchého ledu a ethanolu určeného ke chlazení (roztok elektrolytu a ethanol jsou uchovávány v mrazáku; při jejich předčasném vyndání by došlo k jejich zbytečnému ohřátí). Do Dewarovy nádoby nalijte vychlazený ethanol tak, aby jeho hladina dosahovala asi 2 cm pod její okraj. Spodní díl elektrolyzéru naplňte elektrolytem tak, aby hladina dosahovala asi 1 cm pod spodní okraj zábrusu. Nasaďte hlavu elektrolyzéru a několikrát s ní pootočte, abyste rozmazali tuk do celé plochy zábrusu. Připojte dvě šroubovací koncovky polyethylenových trubiček na skleněná závitová zakončení

na hlavě elektrolyzéru – jedna z trubiček přivádí vzduch z motorku přes bublačku, druhá trubička odvádí vzduch s plyny vznikajícími při elektrolýze do kovové trubice pod oknem a ven z místnosti. (Při elektrolýze reakční směsi totiž dochází k bočním reakcím, kdy vzniká plynný vodík a kyslík, a hrozí nebezpečí výbuchu.) Na šroubky, které jsou pokračováním platinových elektrod, nasaďte krokosvorky („krokodýlky“); na orientaci pólů nezáleží. Do chladící lázně přidávejte po malých dávkách jemně drcený suchý led, aby teplota lázně dosáhla rozmezí −25 °C až −30 °C. Teplotu lázně průběžně kontrolujte teploměrem. Připravenou aparaturu si nechte schválit od pedagogického dozoru.

Teprve po dosažení předepsané teploty a po schválení aparatury zapněte vzduchovací motorek (proud vzduchu bude odnášet plynné zplodiny vznikající při elektrolýze) a na bublačce zkontrolujte průtok vzduchu. Zapněte zdroj napětí. Nastavte hodnotu elektrického proudu na 1,50 A (přesně); odpovídající napětí by mělo ležet v intervalu 5–10 V (napětí záleží na odporu soustavy, tj. kromě potenciálu elektrodového děje i na kvalitě kontaktu krokosvorek s elektrodami). *Při zapnutém zdroji napětí nesmíte manipulovat s kontakty v celém elektrickém obvodu, ani uvolňovat zábrusy.* Teplotu udržujte v určeném rozmezí i dále po celou dobu elektrolýzy. Po 60 min elektrolýzy (čas musí být změřen přesně) vypněte zdroj napětí a vzduchovací motorek, odpojte od hlavy elektrolyzéru přívodní vodiče a odšroubujte obě hadičky na vzduch. Hlavu elektrolyzéru sejměte, opláchněte vodou a bezpečně odložte stranou. Spodní díl elektrolyzéru se suspenzí produktu vysuňte z Dewarovy nádoby.

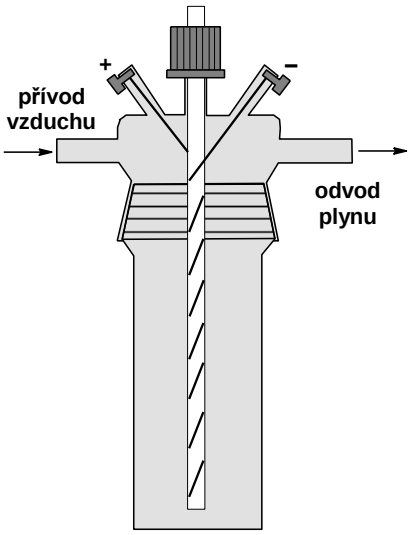


Schéma elektrolyzéru používaného pro přípravu peroxodisíranu draselného

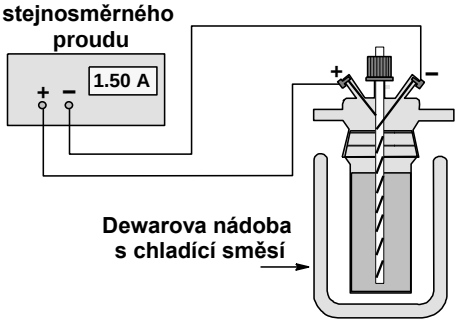


Schéma zapojení obvodu při přípravě peroxodisíranu draselného

Obr. 51. Aparatura pro přípravu peroxodisíranu draselného.

Vyloučený peroxodisíran odsajte na fritě. Filtrát (elektrolyt) jímejte do čisté suché baňky a **po skončeném odsávání jej vraťte zpět do zásobní láhve**. Teprve potom promyjte peroxodisíran na fritě malým množstvím ethanolu a tento filtrát vylijte do výlevky. *Pokud omylem znečistíte elektrolyt ethanolem, tak jej v žádném případě nevracejte zpět do zásobní láhve!*

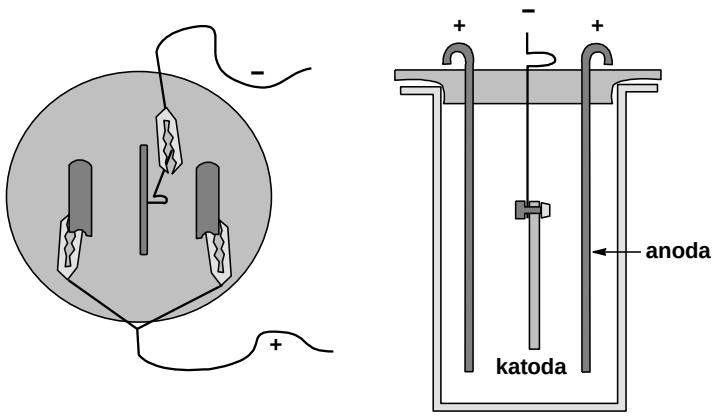
Promytý produkt dosušte na fritě prosáváním vzduchu. Pak preparát zvažte a podle Faradayova zákona vypočítejte teoretický výtěžek provedené reakce (při případném nedodržení doby elektrolýzy a hodnot nastaveného proudu je třeba samozřejmě patřičně daný vztah upravit):

$$m(\mathrm{K_2S_2O_8}) = \frac{M(\mathrm{K_2S_2O_8}) \cdot I \cdot t}{z \cdot F} = \frac{270{,}32\ \mathrm{g \cdot mol^{-1}} \cdot 1{,}50\ \mathrm{A} \cdot 3600\ \mathrm{s}}{2 \cdot 96485\ \mathrm{C \cdot mol^{-1}}}.$$

Určete praktický výtěžek vaší preparace.

Reakce peroxodisíranu draselného
S připraveným peroxodisíranem proveďte tyto reakce:
a. Do zkumavky vpravte asi 3 ml 5% roztoku jodidu draselného, který okyselte cca 0,5 ml (asi polovina obsahu kapátka) 10% H_2SO_4. Přidejte 0,1 až 0,2 g (polovina malé laboratorní lžičky) připraveného pevného peroxodisíranu. Obsah zkumavky opatrně zahřejte nad kahanem.
b. Do zkumavky vpravte 0,1 až 0,2 g připraveného peroxodisíranu a přidejte cca 3 ml roztoku síranu manganatého v 10% H_2SO_4 a 0,5 ml 5% roztoku dusičnanu stříbrného (ten působí jako katalyzátor). Obsah zkumavky velice opatrně zahřejte nad kahanem.
c. Obě předchozí reakce zopakujte, ale místo $K_2S_2O_8$ použijte cca 0,5 ml 10% roztoku peroxidu vodíku. Svoje pozorování zapište do protokolu, sestavte příslušné chemické rovnice a srovnejte oxidační schopnosti peroxodisíranu a peroxidu vodíku.

Stanovení relativní atomové hmotnosti mědi
Spodní část měděného plíšku, který bude v následujících experimentech sloužit jako katoda, odmastěte ponořením na cca 5 s do 6M kyseliny dusičné. Katodu uchopujte za závěsný přívodní vodič, nedotýkejte se plíšku. Dávejte pozor, aby šroub připojující katodu k přívodnímu drátu nepřišel do kontaktu s kyselinou. Katodu poté důkladně opláchněte vodovodní a destilovanou vodou, nakonec ethanolem a na hodinovém skle dejte na 5 min uschnout do sušárny. Po vychladnutí katodu (včetně šroubu a přívodního vodiče) zvažte. Budete provádět analytické stanovení, proto **používejte analytické váhy**.



Pohled shora Pohled z boku

Obr. 52. Aparatura pro elektrochemické pokovování a elektrogravimetrii.

Sestavte aparaturu podle **Obr. 52**. *Pro tuto úlohu budete používat víčko elektrolyzéru s podélnými otvory pro anody.* Do středového otvoru víčka/hlavy elektrolyzéru zespoda zasuňte přívodní vodič katody a po protažení zahnuté části drátu jej otočte o 90° tak, abyste katodu do víčka zavěsili. Do postranních otvorů víčka shora zasuňte měděné anody. Do nádobky vlijte poměďovací roztok tak, aby šroub spojující plíšek katody se závěsným vodičem byl cca 2 cm nad hladinou. Připojte krokosvorky k vrchním částem anod a k přívodnímu vodiči katody (pozor na polaritu elektrod) a plíšek poměďujte proudem 0,50 A po dobu 20 min. Hodnota napětí by měla být poměrně malá, < 1 V, pokud tomu tak není, *zkontrolujte při vypnutém obvodu všechny kontakty*. Pro vaše stanovení je podstatné znát přesnou hodnotu proudu a času, abyste mohli určit přesnou velikost náboje prošlého při elektrolýze.
Po 20 min vypněte zdroj elektrického proudu, odpojte krokosvorky a vyzvedněte hlavu elektrolyzéru s elektrodami z lázně. Elektrody (ještě zavěšené v hlavě) opláchněte

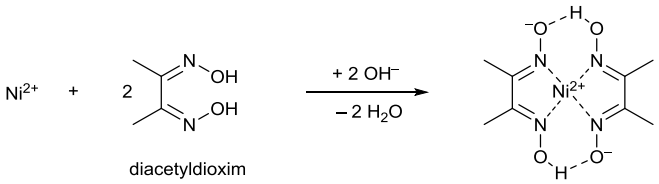
v umyvadle, vysuňte anody a sejměte katodu. Opláchněte elektrody ještě jednou vodovodní vodou, poté destilovanou vodou a nakonec ethanolem. Katodu usušte v sušárně a po vychladnutí zvažte. Lázeň vraťte do zásobní láhve. Vypočítejte hmotnost vyloučené mědi. Pomocí Faradayova zákona určete relativní atomovou hmotnost mědi:

$$A_r = \frac{m \cdot z \cdot F}{I \cdot t} = \frac{m \cdot 2 \cdot 96485\ \mathrm{C}}{0{,}50\ \mathrm{A} \cdot 20 \cdot 60\ \mathrm{s}}\ ,$$

a diskutujte rozdíl vámi stanovené hodnoty od hodnoty tabelované (A_r = 63,54).

Elektrogravimetrické stanovení koncentrace Ni^{2+} v neznámém vzorku

Nádobku důkladně vymyjte destilovanou vodou. Do nádobky napipetujte 10,0 ml neznámého vzorku. Vzorek zřeďte destilovanou vodou na objem cca 100–120 ml a přidejte 5 g pevného $(NH_4)_2SO_4$ a 20 ml 25% amoniaku. Přidaný síran amonný bude sloužit jako základní elektrolyt, který bude zajišťovat vedení proudu. *Pro tuto úlohu budete používat víčko elektrolyzéru s kruhovými otvory pro anody.* Do středového otvoru víčka elektrolyzéru upevněte katodu podobně jako při předchozím experimentu. Postranními otvory shora vsuňte platinové anody (vydává je laborant až těsně před použitím). Na šroubky, které jsou pokračováním platinových elektrod, nasaďte krokosvorky přívodních vodičů a připojte též katodu. Po rozpuštění veškerého síranu amonného směs elektrolyzujte při napětí ≈10 V po dobu 60–90 min. O úplném vyloučení niklu se přesvědčte v kapce elektrolyzovaného roztoku na hodinovém sklíčku pomocí diacetyldioximu: na hodinové sklo kápněte kapku elektrolyzovaného roztoku, přidejte kapku roztoku diacetyldioximu a směs promíchejte tyčinkou. Diacetyldioxim tvoří s nikelnatými ionty intenzívně červenou sraženinu podle schématu:



diacetyldioxim
(dimethylglyoxim,
Čugajevovo činidlo)

Elektrolyzujte tedy do té doby, než přestane při kontrolní reakci vznikat červené zabarvení. Důkazová reakce niklu je velmi citlivá, takže slabě růžové zabarvení (nikoliv však sraženinu!) lze uznat za úplný konec elektrolýzy. Po ukončení elektrolýzy vypněte zdroj elektrického proudu, odpojte krokosvorky a vyzvedněte hlavu s elektrodami z lázně. Elektrody opláchněte a vysuňte z hlavy elektrolyzéru. Katodu důkladně opláchněte vodou a ethanolem, vysušte v sušárně a po vychladnutí zvažte. Omyté platinové elektrody vraťte laborantovi, roztok po elektrolýze vylijte do odpadu.

Z hmotnosti vyloučeného niklu určete koncentraci nikelnatých iontů v původním roztoku vzorku:

$$c = \frac{n}{V} = \frac{m}{M \cdot V} = \frac{m}{58{,}69\ \mathrm{g{\cdot}mol^{-1}} \cdot 0{,}0100\ \mathrm{dm^3}}\ .$$

Požadavky k uznání úlohy

Připravený peroxodisíran draselný se spočítaným výtěžkem.
Provedení reakcí s připraveným peroxodisíranem a vyčíslení rovnic pozorovaných dějů.
Stanovená relativní atomová hmotnost mědi.
Elektrogravimetricky stanovená koncentrace nikelnatých iontů v předloženém vzorku.
Protokol o provedené úloze.

5.7 Úloha 7 – Stanovení rozdělovacího koeficientu jódu

Úkoly
1. Stanovte rozdělovací koeficient jódu ve směsi chloroform : voda.
2. Stanovte rozdělovací koeficient jódu ve směsi toluen : voda.

Teoretický úvod k úloze
Dělení nemísitelných kapalin
Popis této techniky viz **kapitola 4.13**.

Titrace
Popis této techniky viz **kapitola 4.23**.

Distribuční koeficient
Poměr koncentrací rozpuštěné látky v jednotlivých fázích směsi dvou nemísitelných rozpouštědel je při dané teplotě a tlaku konstantní a označuje se jako *distribuční* (*rozdělovací*) *koeficient, K´*. Distribuční koeficient je tedy veličina, která popisuje relativní afinitu dané látky ke dvěma vzájemně nemísitelným rozpouštědlům.
V této úloze budete stanovovat rozdělovací koeficient jódu mezi organické rozpouštědlo a vodu. Použijete dvě organická rozpouštědla – chloroform a toluen, a tedy stanovíte dva rozdělovací koeficienty:

$$K'(\mathrm{CHCl_3/H_2O}) = \frac{[\mathrm{I_2(CHCl_3)}]}{[\mathrm{I_2(H_2O)}]}$$

a

$$K'(\mathrm{toluen/H_2O}) = \frac{[\mathrm{I_2(toluen)}]}{[\mathrm{I_2(H_2O)}]}\ .$$

Obsah jódu v jednotlivých fázích stanovíte titrací (viz **kapitola 4.23**). V odměrné analýze se při tzv. *jodometrii* využívá redoxního děje $\mathrm{I_2 + 2\,e^- \rightleftharpoons 2\,I^-}$. Jodometrie zahrnuje značný počet nejrůznějších stanovení, při kterých se využívá selektivní reakce jódu s thiosíranem sodným za vzniku jodidu sodného a tetrathionanu sodného podle rovnice:

$$\mathrm{I_2 + 2\,Na_2S_2O_3 \longrightarrow 2\,NaI + Na_2S_4O_6}.$$

Jód vytváří se škrobem intenzivní modré zbarvení, jehož zánik spolehlivě indikuje kvantitativní průběh reakce. Proto lze množství jódu stanovit titrací thiosíranem. V bodě ekvivalence platí:

$$n(\mathrm{S_2O_3^{2-}}) = 2n(\mathrm{I_2}).$$

Po předchozím dobrém promíchání nemísitelných kapalin v dělící nálevce (viz **kapitola 4.13**; důkladné promíchání/protřepání je nutné pro ustavení rovnováhy) a jejich separaci tedy lze titrací určit koncentraci jódu v jednotlivých fázích a následně spočítat distribuční koeficient.

Postup
Stanovení distribučního koeficientu jódu ve směsi chloroform : voda
Do Erlenmeyerovy baňky o objemu 100 ml nasypte přibližně 0,3 g jódu a rozpusťte v cca 50 ml chloroformu. Roztok přefiltrujte přes *malý* smotek vaty do 250ml dělící nálevky (filtrací se odstraní mechanické nečistoty a případné zbytky nerozpuštěného jódu). Přidejte 170 ml vody a nálevku zazátkujte a důkladně protřepejte. Směs pak nechejte stát v klidu, aby se dokonale oddělily jednotlivé vrstvy. Spodní (chloroformovou) vrstvu poté odpusťte do

čisté a suché 100ml zábrusové Erlenmeyerovy baňky, kterou *zazátkujte*. Do 250ml titrační baňky odpipetujte z dělící nálevky 50,0 ml horní (vodné) fáze, přidejte 10 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (1 : 1) a 0,5 g jodidu draselného (ten tvoří s jódem trijodidový anion, který se škrobem použitým na konci titrace vytváří intenzivnější zbarvení než samotný jód, a konec titrace tedy bude lépe pozorovatelný). Titrujte odměrným roztokem thiosíranu (c = 0,002 M) do zesvětlání žlutého zbarvení (téměř do odbarvení). Poté přidejte 1 ml roztoku škrobového mazu a dotitrujte modrou směs do odbarvení. Stanovení proveďte ještě jednou. Pokud se jednotlivé spotřeby liší o více než ±0,5 ml, proveďte třetí stanovení. Na základě průměrné spotřeby vypočítejte koncentraci jódu ve vodné fázi. Vzhledem ke stechiometrii reakce platí, že:

$$n(I_2, H_2O) = ½ \cdot n(S_2O_3^{2-}) = ½ \cdot c(S_2O_3^{2-}) \cdot V(S_2O_3^{2-}),$$

a tedy:

$$c(I_2,H_2O) = \frac{n(I_2,H_2O)}{V(I_2,H_2O)} = \frac{c(S_2O_3^{2-}) \cdot V(S_2O_3^{2-})}{2 \cdot V(I_2,H_2O)} .$$

Pomocí malé injekční stříkačky odměřte do čisté titrační baňky s cca 50 ml vody 1,00 ml chloroformové fáze, okyselte 10 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové (1 : 1) a přidejte 0,5 g KI (přídavek KI zlepší rozpustnost jódu ve vodné fázi, ve které bude přidávaný thiosíran – reakce probíhající během vlastní titrace se tedy podstatně zrychlí; navíc vzniklý trijodidový anion podstatně zlepší detekci, viz výše). Titrujte stejným postupem do odbarvení jódo-škrobového zbarvení. Stanovení proveďte ještě jednou. Pokud se jednotlivé spotřeby liší o více než ±0,5 ml, proveďte ještě jedno stanovení. Na základě průměrné spotřeby vypočítejte koncentraci jódu v organické fázi podobně jako v předchozím případě. Zbylou organickou fázi s rozpuštěným jódem slijte do k tomu určené láhve. Nakonec vypočítejte distribuční koeficient jódu mezi chloroformem a vodou podle výše uvedeného vztahu.

Stanovení distribučního koeficientu jódu ve směsi toluen : voda

Tuto úlohu proveďte podle předchozího návodu, s tím rozdílem, že k rozpuštění jódu použijete 50 ml toluenu. Organická fáze bude tvořit v tomto případě lehčí (tj. horní) vrstvu. Vodnou fázi odpusťte do 250ml Erlenmeyerovy baňky, toluenovou vrstvu ponechejte v dělící nálevce.

Je vhodné tuto úlohu začít (tj. navážení jódu, jeho rozpuštění v toluenu, a protřepání roztoku s vodou v dělící nálevce) současně s předchozí úlohou, a během titrací příslušejících předchozí úloze nechat dokonale oddělit kapalné fáze v dělící nálevce.

Požadavky k uznání úlohy

Vypočtená hodnota distribučního koeficientu jódu mezi chloroformem a vodou.
Vypočtená hodnota distribučního koeficientu jódu mezi toluenem a vodou.
Protokol o provedené úloze.

5.8a Úloha 8a – Rektifikace

Pozn.: tato úloha se provádí během jednoho cvičení společně s úlohou 8b.

Úkoly
1. Rektifikací rozdělte směs ethyl-acetátu a toluenu. Průběh závislosti teploty varu na čase vyjádřete graficky. U jednotlivých frakcí změřte jejich index lomu.
2. Na základě teplot varu a indexů lomu jednotlivých frakcí určete zastoupení jednotlivých složek ve výchozí směsi.

Teoretický úvod k úloze
Rektifikace (frakční destilace)
Popis této techniky viz **kapitola 4.14.2**.

Měření indexu lomu
Popis refraktometru a práce s ním naleznete v **kapitole 3.5.8**, princip příslušného měření v **kapitole 4.19**. Přesný postup práce s refraktometrem vám případně objasní pedagogický dozor.

Postup
Rozdělení směsi ethyl-acetátu a toluenu rektifikací
Destilační aparatura podle **Obr. 34** v **kapitole 4.14.2** je již sestavena; zásadně s jejím uspořádáním nemanipulujte a nic neměňte.
Do 250ml kulaté baňky nalijte 100 ml vzorku určeného k destilaci. Přidejte varné kamínky a sestavte aparaturu: baňku připevněte svorkou ke spodní části kolony pomocí svorky a vysuňte topné hnízdo do výšky, aby varná baňka dosedla na dno topného hnízda.
Pusťte vodu do chladiče takovou intenzitou, aby šlo na lopatkovém kontrolním průtokoměru rozeznat jednotlivé lopatky (případně rozeznat barvy kuliček, pokud je použit kuličkový průtokoměr). Přesvědčte se, že kohout refluxu je uzavřen a jako předlohu, kam budete jímat jednotlivé frakce, připravte na otočném stojánku sadu vysušených zkumavek označených čísly 1 až 8.
Na topném hnízdě zapněte oba spínače pro ohřev (ve spodní i v horní části hnízda) a regulační potenciometr nastavte na maximální výkon. Zkontrolujte, zda svítí kontrolní žárovka. Sledujte, kdy nastane var v baňce a kdy začne reagovat teploměr v hlavě destilační kolony. Po prvním skápnutí destilátu v hlavě kolony nechejte při stále zavřeném kohoutu refluxu ustavit rovnováhu v koloně po dobu 5 min.
Po ustavení rovnováhy v koloně otevřete kohout refluxu tak, aby jímané frakce byly odebírány do zkumavek přibližně rychlostí 2 kapky za 1 s. Do očíslovaných zkumavek jímejte postupně 10 ml jednotlivých frakcí. Teplotu varu zaznamenávejte po 1 min, výsledky zapisujte do tabulky. Zaznamenávejte též, kdy měníte předlohu.
Vyhřívání topného hnízda vypněte v okamžiku, kdy je získáno 75 ml destilátu, tj. když je ve zkumavce pro frakci č. 8 najímáno 5 ml kapaliny. Tepelnou setrvačností topného hnízda se do této zkumavky dojímá zbytek poslední frakce. Při tomto režimu zůstane po vychladnutí aparatury ve spodní kulaté baňce přibližně 20 ml destilačního zbytku. Aparaturu po jejím vychladnutí rozeberte.
Před měřením indexů lomu jednotlivých frakcí a destilačního zbytku si ověřte svoji techniku práce s refraktometrem změřením indexu lomu čistých standardů (*etalonů*), tj. toluenu a ethyl-acetátu. Tyto indexy lomu nahlaste vedoucím praktika a teprve po jejich schválení stanovte index lomu každé ze získaných frakcí a destilačního zbytku.
Po identifikaci jednotlivých frakcí je slijte do patřičných láhví. Zbytek nepředestilovaného

vzorku vlijte do k tomu určené láhve a varnou baňku vypláchněte ethanolem, který vylijte do výlevky. Destilační křivku (závislost teploty varu na čase) vyneste do protokolu pomocí vhodného tabulkového editoru spolu s udáním pořadových čísel frakcí a jejich indexů lomu. Na základě naměřených údajů odhadněte poměr, v němž byly ethyl-acetát a toluen zastoupeny v původním vzorku.

Požadavky k uznání úlohy

Grafický záznam destilace – graf závislosti teploty varu směsi na čase.
Změřené indexy lomu etalonů, jednotlivých frakcí a destilačního zbytku.
Zjištěný poměr ethyl-acetátu a toluenu v původní směsi.
Protokol o provedené úloze.

5.8b Úloha 8b – Práce s plyny

Pozn.: tato úloha se provádí během jednoho cvičení společně s úlohou 8a.

Úkoly

1. Určete obsah uhličitanu vápenatého ve vzorku mramoru.

Teoretický úvod k úloze

Práce s plyny

Při řadě chemických reakcí dochází k uvolnění plynů. V tomto případě využijete rozkladu uhličitanu vápenatého ve vzorku mramoru pomocí kyseliny chlorovodíkové probíhajícího podle rovnice:

$$CaCO_3 + 2\,HCl \longrightarrow CaCl_2 + CO_2 + H_2O.$$

Na základě změřeného objemu uvolněného plynu (CO_2) můžete zjistit i jeho obsah v daném vzorku a tak využít měření objemu plynu při chemické analýze. Tato možnost vyplývá ze stavové rovnice ideálního plynu:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T,$$

kde p je tlak (v Pascalech, Pa), V je objem plynu (v m^3), n je látkové množství plynu (v molech, mol), R je tzv. univerzální plynová konstanta, která má hodnotu 8,314 $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$, a T je termodynamická teplota (v Kelvinech, K).

Náhledem na stavovou rovnici je zřejmé, že za dané teploty a tlaku zaujímá 1 mol libovolného plynu stejný objem, nezávisle na tom, o jaký plyn se jedná. Objem daného množství plynu je však extrémně závislý na teplotě a tlaku. Častým zdrojem chyb je rozšířený omyl, že 1 mol plynu zaujímá objem 22,4 dm^3. Toto platí pouze pro tzv. *normální podmínky*, které jsou definovány jako *normální tlak* (101325 Pa) a *teplota* 0 °C (273,15 K), nikoli však teplota 25 °C (298,15 K), běžně braná jako laboratorní. Při laboratorní teplotě totiž 1 mol ideálního plynu zaujímá objem 24,5 dm^3, jak lze ostatně snadno vypočíst. Proto – než přistoupíte k jakémukoliv zjednodušujícímu výpočtu s použitím „molárního objemu“, zamyslete se nad tím, zda jsou splněny předpoklady, za kterých byl použitý „molární objem“ stanoven.

Nejjednodušším způsobem lze objem uvolněného plynu určit v *eudiometru*. Ten sestává z odměrného válce zcela naplněného uzavírací kapalinou, ponořeného dnem vzhůru do skleněné vany obsahující uzavírací kapalinu (v našem případě vodu). Objem plynu najímaného do válce je roven objemu vody, která je plynem vytlačena, a odečítá se přímo na stupnici použitého odměrného válce. Pokud jsou hladiny vody ve válci a ve vaně ve stejné výšce, odpovídá tlak plynu uvnitř válce tlaku atmosféry v laboratoři. Při různých výškách hladin ve válci a ve vaně dochází k rozdílu mezi tlakem uvnitř a vně aparatury. Tento rozdíl je roven hydrostatickému tlaku a odpovídajícímu rozdílu výšek vodního sloupce. Vzhledem k tomu, že 1 atm odpovídá zhruba 10 m vodního sloupce, vede rozdíl ve výšce hladin o velikosti 10 cm k rozdílu v tlacích zhruba 1 kPa (≈1 %). Proto je vhodné před odečtením objemu plynu posunout odměrný válec tak, aby byly hladiny vody uvnitř a vně válce vyrovnány, a nebo případně tlak plynu uvnitř aparatury patřičně korigovat. K objemu uzavřeného plynu však přispívá i pára uzavírací kapaliny (vody). Tenze vodní páry (p_{aq}) je totiž při laboratorní teplotě 2–3 kPa, což při běžném atmosférickém tlaku ≈100 kPa činí příspěvek 2–3 %. Stavovou rovnici ideálního plynu je proto nutné korigovat. Platí tedy:

$$(p - p_{aq}) \cdot V = n \cdot R \cdot T,$$

a odtud lze již snadno vypočítat látkové množství uzavřeného plynu.

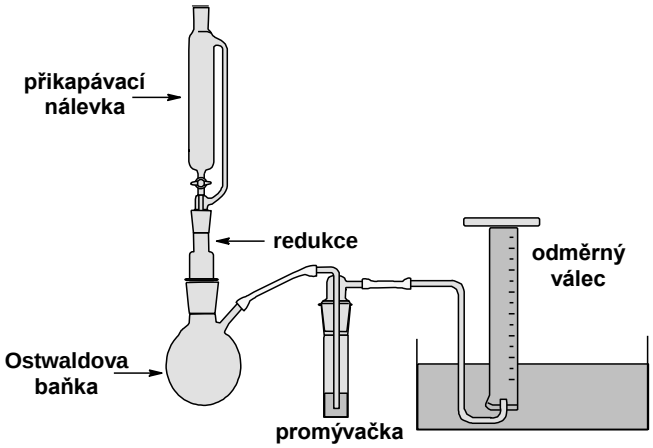
Závislost tenze vodní páry na teplotě je uvedena v **Tab. 6**.

Tab. 6. Tenze vodní páry (p_{aq}) při různých teplotách.

t (°C)	p_{aq} (kPa)	t (°C)	p_{aq} (kPa)	t (°C)	p_{aq} (kPa)
0	0,6107	10	1,227	20	2,337
1	0,6567	11	1,312	21	2,486
2	0,7053	12	1,401	22	2,642
3	0,7579	13	1,497	23	2,809
4	0,8128	14	1,597	24	2,982
5	0,8723	15	1,705	25	3,167
6	0,9345	16	1,817	26	3,360
7	1,001	17	1,937	27	3,565
8	1,072	18	2,062	28	3,778
9	1,148	19	2,197	29	4,005

Upozornění k bezpečnosti práce
Koncentrovaná kyselina chlorovodíková dosti dýmá a je to silná žíravina, pracujte s ní proto rychle, nádoby uzavírejte a nádobí po použití ihned oplachujte. Vyvarujte se potřísnění pokožky, případně používejte rukavice. Pokud se potřísníte, omyjte se co nejdříve silným proudem vody.

Postup
Eudiometrické stanovení obsahu $CaCO_3$ ve vzorku mramoru
Sestavte aparaturu podle **Obr. 53**.



Obr. 53. Aparatura pro zjišťování obsahu $CaCO_3$ ve vzorku.

Navažte 1,00 g rozetřeného vzorku. Násypkou tuto navážku nasypte na dno Ostwaldovy (příp. vícehrdlé) baňky a malým množstvím vody spláchněte do baňky i ulpěné zbytky z násypky. Přesvědčte se, zda jsou zábrusy baňky, přikapávací nálevky a redukce správně namazány. Zátku uzavírající přikapávací nálevku nahraďte zátkou s trubičkou, připojte ji hadičkou k ocelové láhvi s CO_2 a otevřete kohout přikapávací nálevky. Pod dohledem vedoucího cvičení nebo laboranta otevřete ventil tlakové láhve (viz **kapitola 4.20**) a velmi mírným proudem nechejte procházet aparaturou oxid uhličitý tak, aby sytil i vodu v promývačce a ve skleněné vaně. Toto sycení se provádí proto, aby se oxid uhličitý uvolněný při pokusu nerozpouštěl ve vodě v aparatuře a nedocházelo tak k jeho ztrátám rozpouštěním. Po cca 5 min zavřete přívod plynu z bomby. Naplňte odměrný válec, který používáte jako eudiometr, vodou. Nejlépe to uděláte tak, že celý válec položíte do vaničky s vodou, aby u jeho dna nebyla bublina, a pak ho zvednete a upevníte klemou ve svislé poloze. Pod spodní okraj válce podsuňte zaváděcí trubičku.

Uzavřete kohout přikapávací nálevky. Odměrným válečkem odměřte 10 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové, kterou nalijete do přikapávací nálevky (pozor, ať se vám kyselina nedostane do postranní trubičky, kterou by mohla skápnout na navážený vzorek). *Aparaturu uzavřete zátkou* a zkontrolujte těsnost spojů aparatury. Otevřením kohoutu kyselinu opatrně nakapejte na vzorek. Po skončení vývoje plynu odečtěte jeho objem na stupnici odměrného válce.
Zjistěte teplotu vody v eudiometru (vzhledem k tomu, že naplněná vana je dlouhodobě postavena na pracovním místě, odpovídá teplota vody teplotě místnosti) a tlak v laboratoři, a v **Tab. 6** odečtěte tenzi vodní páry při teplotě vašeho experimentu (tj. teplotě vody ve vaně eudiometru). Vypočítejte látkové množství uvolněného CO_2. Náhledem na rovnici reakce je zřejmé, že toto látkové množství je rovno látkovému množství uhličitanu vápenatého přítomného ve vzorku. Vypočítejte tedy hmotnost $CaCO_3$ (M = 100,09 g·mol^{-1}) ve vaší navážce a hmotnostní zlomek $CaCO_3$ v předloženém vzorku.

Požadavky k uznání úlohy
Zjištěný obsah uhličitanu vápenatého v předloženém vzorku mramoru.
Protokol o provedené úloze.

5.9 Úloha 9 – Destilace za sníženého tlaku

Úkoly
1. Vyčistěte předložený ester kyseliny octové destilací za sníženého tlaku.
2. Sestrojte graf závislosti teploty par na čase.
3. Zjistěte index lomu produktu.
4. Zjistěte hustotu produktu.
5. Na základě změřených vlastností produkt identifikujte.

Teoretický úvod k úloze
Destilace za sníženého tlaku
Protože čištěný ester vře za normálního tlaku až při relativně vysoké teplotě (>>100 °C), použijete pro jeho předestilování vakuovou destilaci. Princip a provedení této techniky jsou popsány v **kapitole 4.14.1**.

Měření indexu lomu
Popis refraktometru a práce s ním naleznete v **kapitole 3.5.8**, princip příslušného měření v **kapitole 4.19**. Přesný postup práce s refraktometrem vám objasní pedagogický dozor.

Postup
Destilace za sníženého tlaku
Nejprve předložený vzorek zbavíte zbytků vlhkosti a mechanických nečistot. K 25 ml vzorku v Erlenmeyerově baňce přidejte cca 1 g bezvodého síranu sodného, baňku uzavřete zátkou a obsah protřepejte. Po vyčeření přefiltrujte (přes **suchý** skládaný filtr) surový ester do 50ml kulaté baňky a přidejte míchadlo. Sestavte aparaturu pro destilaci za sníženého tlaku a nechejte si ji zkontrolovat pedagogickým dozorem. Oproti **Obr. 32** v **kapitole 4.14.1** použijte navíc krátkou vpichovou kolonu, kterou umístěte mezi baňku s destilovaným vzorkem a destilační nástavec s teploměrem. Kolonu kvůli tepelné izolaci obalte buničinou (případně alobalem). Použijte vemínko opatřené jednou 25ml a dvěma 10ml slzovitými baňkami; 25ml baňku předem zvažte postavenou v kádince i se zátkou na předvážkách. Nastavte mírný proud vody do chladiče (pozor na případné ukápnutí vody do olejové lázně), nastavte přiměřenou intenzitu míchání (tak aby se míchadlo rychle točilo, ale aby v baňce neposkakovalo), zapněte vývěvu a začněte evakuovat aparaturu zavřením kohoutu pojistné láhve. Otevřete kohout manometru – změřením tlaku ověříte těsnost aparatury; pokud je pohyb hladiny rtuti v manometru malý, tak aparatura netěsní a je třeba příslušnou netěsnost odstranit. Pokud aparatura těsní, začněte mírně zahřívat. **V průběhu experimentu zapisujte v intervalu 1 min teplotu a tlak v aparatuře.** Teplota lázně by měla být maximálně jen o cca 20 °C vyšší než je teplota varu destilované látky, jinak hrozí přehřátí a vypěnění destilované směsi. Protože zatím nevíte, jaká bude teplota varu, zahřívejte jen pozvolna, abyste předešli náhlému vzkypění směsi. Proto nejprve nastavte na míchačce teplotu 50 °C, a po vyhřátí lázně postupně zvyšujte nastavenou teplotu po 10 °C tak, aby obsah baňky mírně vařil. Všímejte si teploty par v aparatuře – při postupném zahřívání dojde k varu nízkovroucích nečistot. První frakci destilátu jímejte do 10ml baňky. Po odstranění nízkovroucích nečistot začne teplota par opětovně stoupat. Po dosažení konstantní hodnoty teploty varu výševroucí složky (tj. teploty varu izolovaného esteru) vyměňte otočením vemínka[6] předlohu za předem zváženou 25ml baňku a předestilujte produkt. Po předestilování

[6] Při případné absenci vemínka se přerušení destilace a výměna předloh provádí následovně: zavřete kohout manometru – tím ho odpojíte od aparatury, a nehrozí, že by vracející se rtuť při rychlém zavzdušnění rozbila trubici manometru; aparaturu opatrně zavzdušněte otevřením kohoutu pojistné láhve nebo opatrným odpojením

produktu ukončete destilaci – nejprve zavřete kohout manometru, aparaturu zavzdušněte otevřením kohoutu pojistné láhve, vypněte pumpu a chladící vodu a odpojený manometr opatrně zavzdušněte, aby se rtuť vracela pomalu a nerozbila trubici. Baňku s produktem zvažte (opět zazátkovanou a postavenou v kádince). Změřte index lomu produktu.
Zbytky oleje z povrchu destilační baňky umyjte teplou vodou a saponátem, vnitřek baňky vypláchněte ethanolem. Ethanolem na závěr vypláchněte všechny nádoby, v nichž byl původní vzorek nebo produkt destilace.

Kalibrace automatické pipety
Při této úloze nepoužijete pro měření objemu pyknometr (který má obvykle velký vnitřní objem, většinou 25 ml a více), ale z důvodu co nejmenší ztráty vzorku budete pipetovat 1 ml pomocí fixní 1ml automatické pipety (viz **kapitola 4.3**). Protože se někdy deklarovaný objem nastavený na automatické pipetě mírně liší od skutečného objemu, je vhodné si pro přesná měření pipetu okalibrovat. Kalibraci proveďte pomocí destilované vody. Do předem zvážené/ztárované (**na analytických vahách**) lékovky odpipetujte 1 ml vody. **Pozor, deklarovaný objem pipety odpovídá první poloze pístu!** Zjistěte hmotnost odpipetované vody. Stanovení proveďte pětkrát (využívejte tárování mezi jednotlivými měřeními, vodu přidávejte do lékovky bez vylívání předchozí dávky) a výsledné hodnoty zprůměrujte. Pokud se některý z výsledků liší od průměru o více než ±0,5 %, měření zopakujte. Teploměrem zjistěte teplotu vody (teploměr ponořte do vody tak, aby byla baňka se rtutí celá ponořená a nedotýkala se stěn nádoby). Z hodnot v **Tab. 7** odečtěte odpovídající hustotu vody. Pokud byla zjištěná teplota neceločíselná, tak hodnotu hustoty vody lineárně interpolujte z krajních hodnot uvedených v tabulce. Z průměrných hmotností pipetované vody a zjištěné hustoty vypočítejte přesný objem pipety. **Pokud se vámi stanovený objem liší o více než 2 % od deklarovaného objemu 1,000 ml, tak jste patrně špatně pipetovali a svou techniku zkonzultujte s pedagogickým dozorem.**

Tab. 7. Závislost hustoty destilované vody na teplotě.

t (°C)	ρ (g·cm^{-3})	t (°C)	ρ (g·cm^{-3})
15	0,999099	23	0,997536
16	0,998943	24	0,997299
17	0,998775	25	0,997047
18	0,998596	26	0,996786
19	0,998406	27	0,996515
20	0,998205	28	0,996235
21	0,997994	29	0,995946
22	0,997772	30	0,995649

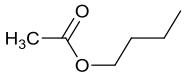
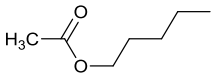
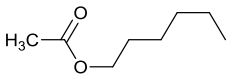
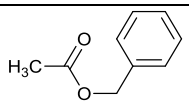
Stanovení hustoty produktu
Do předem zvážené/ztárované (**na analytických vahách**) čisté a suché lékovky odpipetujte 1 ml vašeho preparátu pomocí okalibrované automatické pipety. Lékovku zvažte znovu. Stanovení proveďte pětkrát a výsledné hodnoty zprůměrujte (využívejte tárování mezi měřeními). Pokud se některý z výsledků výrazně liší od průměru (> ±1 %), měření zopakujte. Vypočítejte hustotu produktu.

Identifikace produktu
Srovnáním změřených vlastností produktu s daty uvedenými v **Tab. 8** identifikujte, jakou

hadice vedoucí od vývěvy, vyměňte předlohu, a opět začněte evakuovat. Celý proces je třeba udělat co nejrychleji, aby zatím nedošlo k přehřátí destilované směsi – při opětovném snížení tlaku pak hrozí příliš bouřlivý var spojený s prskáním směsi až do chladiče. Po evakuaci aparatury opět připojte manometr.

látku jste izolovali.

Tab. 8. Hodnoty indexu lomu $^{20}n_D$ a hustoty ρ izolovaných esterů kyseliny octové.

ester	vzorec	$^{20}n_D$	ρ (g·cm^{-3})
butyl-acetát		1,394	0,883
pentyl-acetát		1,402	0,876
hexyl-acetát		1,409	0,867
benzyl-acetát		1,502	1,054

Požadavky k uznání úlohy
Zvážený čistý produkt.
Teplota varu izolované látky za daného tlaku.
Index lomu produktu.
Stanovená hustota produktu.
Identifikace produktu. **Produkt nalijte do patřičné sběrné láhve až po schválení jeho identifikace pedagogickým dozorem!**
Protokol o provedené úloze. Součástí protokolu je i graf zachycující časový průběh destilace.

5.10 Úloha 10 – Stanovení rozpustnosti a obsahu krystalové vody

Úkoly

1. Stanovte rozpustnost předloženého vzorku anorganické soli ve vodě při laboratorní teplotě.
2. Na základě naměřených údajů identifikujte neznámý vzorek.
3. Termogravimetricky stanovte množství krystalové vody v předloženém vzorku.

Teoretický úvod k úloze

Rozpustnost látek

Rovnováha v uzavřeném systému musí splňovat jistá pravidla, formulovaná koncem 19. století americkým matematikem a fyzikem Josiahem Willardem Gibbsem (1839–1903), která se označují jako *Gibbsův zákon fází*:

$$f + v = s + 2,$$

kde f je počet *fází* v systému, v je počet *stupňů volnosti* a s je počet *složek* v systému. Fází je každá homogenní součást (plyn, kapalina, pevná fáze) systému, složkou je každá přítomná chemická sloučenina. Stupeň volnosti je libovolná *intenzivní* fyzikální veličina (tj. veličina, která nezávisí na celkové hmotě systému; intenzivními veličinami jsou např. teplota, tlak, hustota, koncentrace apod.).

Pro čistou kapalinu platí, že $f = 1$ a $s = 1$, a vychází tedy $v = 2$. Pro danou kapalinu tedy můžete zvolit dvě nezávislé veličiny (např. teplotu a tlak), a ostatní veličiny již budou přesně dané (např. hustota). Při zahřívání dané kapaliny k varu dojde k vytvoření druhé (plynné) fáze ($f = 2$, $s = 1$) a daný systém má tedy pouze jeden stupeň volnosti ($v = 1$). Za daného tlaku má tedy kapalina přesně definovanou teplotu varu (a obráceně, pokud je třeba nechat kapalinu vřít při zvolené teplotě, musí se změnit tlak na přesně definovanou hodnotu). Podobně i pro čistou pevnou látku ($s = 1$) je za daného tlaku konstantní její teplota tání (v koexistenci jsou pevná a kapalná fáze, $f = 2$, opět vychází $v = 1$).

V případě roztoku látky v rozpouštědle platí $s = 2$ (složkami jsou jak rozpouštěná látka, tak rozpouštědlo) a $f = 1$ (směs má jednu homogenní fázi – roztok), pro počet stupňů volnosti tedy platí $v = 3$. Za dané teploty a při daném tlaku tedy můžete zvolit ještě třetí parametr – např. koncentraci. Toto je případ mísení dvou neomezeně mísitelných kapalin, např. vody a ethanolu.

Jiná situace nastává, když rozpouštěná látka není neomezeně mísitelná s rozpouštědlem. Pokud budete např. sypat sůl do vody, narazíte časem na fakt, že se další přídavek soli již nerozpustí, a dostanete heterogenní směs kapaliny a pevné látky. Pro takovou heterogenní směs platí $s = 2$ a $f = 2$, a počet stupňů volnosti je tedy $v = 2$. Při dané teplotě a tlaku je tedy koncentrace *nasyceného* roztoku určena – je tedy konstantou. Koncentrace nasyceného roztoku se označuje jako *rozpustnost*, a nasyceným roztokem je roztok, který je (za dané teploty a tlaku) v rovnováze s pevnou fází rozpuštěné látky. Rovnováha není statický proces, ve směsi neustále dochází k rozpouštění pevné látky do roztoku a ke krystalizaci rozpuštěné látky z roztoku, v rovnováze se však rychlosti obou dějů sobě rovnají. Pro sůl obecného vzorce X_xY_y platí:

$$X_xY_y(s) \rightleftharpoons x\,X(aq) + y\,Y(aq)$$

[náboje iontů nejsou pro přehlednost uvedeny, výrazy (s) a (aq) značí, zda se daná látka/ion nachází v pevném skupenství nebo v roztoku].

Lze dokázat, že součin $P = [X]^x \cdot [Y]^y$ je při zvolené teplotě a tlaku konstantní (odvození bude předmětem studia fyzikální chemie ve vyšších ročnících). Veličina P (někdy označovaná jako K_s) se nazývá *součin rozpustnosti* a je tedy pro danou látku za daných podmínek konstantou.

Součin rozpustnosti se tabeluje obvykle pro látky málo rozpustné, mívá tudíž nízké hodnoty a proto se obvykle udává v podobě svého záporného logaritmu, např.:

$$P(AgCl) = K_s(AgCl) = 1{,}78 \cdot 10^{-10},\ -\log\{P(AgCl)\} = pP(AgCl) = pK_s(AgCl) = 9{,}75.$$

Rozpustnost se však může udávat i pomocí jiných veličin. Např. molární rozpustnost označovaná obvykle *S* je molární koncentrací nasyceného roztoku. Rozpustnost látek dobře rozpustných se udává kromě molární koncentrace též v jednotkách molality (tj. v molech látky v 1 kg rozpouštědla), ale i v jednotkách hmotnostního zlomku (tj. v gramech látky ve 100 g roztoku), nebo v gramech látky ve 100 ml roztoku nebo rozpouštědla, případně v gramech látky rozpuštěné na 100 g rozpouštědla. K převodu jednotek je pak nutné znát i hustotu vytvořeného nasyceného roztoku.
V této úloze budete stanovovat rozpustnost dobře rozpustné anorganické soli.

Krystalová voda
Při krystalizaci látek z vodného prostředí často dochází k zabudování molekul vody (obecně rozpouštědla) do struktury krystalu (pevné fáze). Tyto molekuly vody mohou být v krystalové struktuře vázány různým způsobem, např. koordinací ke kationtu, vodíkovými vazbami k aniontu, vodíkovými vazbami mezi sebou apod. V případě některých solí v závislosti na teplotě krystalizace dochází k vylučování krystalů s různým počtem molekul krystalové vody. Např. soda – Na_2CO_3 – krystalizuje podle podmínek v podobě monohydrátu, heptahydrátu nebo i dekahydrátu. Dokonce i notoricky známá kuchyňská sůl NaCl, která je běžně dostupná v bezvodé podobě, krystalizuje při teplotách nižších než 0 °C v podobě dihydrátu $NaCl{\cdot}2H_2O$. Stáním krystalických vzorků na vzduchu pak může v některých případech dojít k (alespoň částečné) ztrátě krystalové vody.

Práce s automatickou pipetou
Popis této techniky viz **kapitola 4.3**.

Zahřívání nad kahanem a žíhání do konstantní hmotnosti
Popis těchto technik viz **kapitola 4.7.1**. Při žíhání do konstantní hmotnosti **dále pracujte s poslední zjištěnou hmotností, a nikoliv s průměrem z poslední a předposlední hodnoty.** Předchozí věta upozorňuje na fakt, který je sice zřejmý, nicméně tato chyba se v protokolech objevuje poměrně často.

Postup
Vzorek je dodán v podobě pevné fáze v označené zásobní láhvi a ve formě vodné suspenze v 250ml Erlenmeyerově baňce se stejným kódovým označením. **Ověřte si, že v Erlenmeyerově baňce je vedle kapaliny stále i podíl pevné fáze.** Práci na jednotlivých pod-úlohách si rozvrhněte tak, abyste účelně využili časové prostoje při žíhání/chladnutí kelímků.

Stanovení obsahu krystalové vody
Dva **označené** (fixem nebo tužkou) malé porcelánové kelímky vyžíhejte do konstantní hmotnosti v žíhací peci nastavené na 400 °C. Jednotlivá žíhání provádějte po dobu 10 min, poté kelímky pomocí kleští vložte do exsikátoru a ponechejte vychladnout na laboratorní teplotu. Pozor, **po zavření exsikátoru s horkým obsahem** dochází k mírnému vzrůstu tlaku uvnitř exsikátoru ($p{\cdot}V = n{\cdot}R{\cdot}T$) a snížení viskozity tuku na zábrusech exsikátoru díky ohřevu a **hrozí, že se víko exsikátoru sesmekne a spadne** – proto jej zpočátku přidržujte rukou a po cca 20 s exsikátor krátce otevřete pro vyrovnání tlaku. **Važte na analytických vahách. Všechna následující vážení provádějte na stejných analytických vahách.**
Na analytických vahách do vychladlých kelímků přesně odvažte přibližně 0,25 g pevného vzorku. Obrat „přesně ... přibližně“ míní přibližně tuto hodnotu, ale s maximální možnou přesností, v tomto případě tedy **na čtyři desetinná místa**. Vzorky žíhejte po dobu 10 min v peci při 400 °C. Kelímek kleštěmi přeneste do exsikátoru a nechejte vychladnout na

laboratorní teplotu. Po vychladnutí jej zvažte a ponechejte žíhat dalších 10 min. Poté nechejte kelímek opět vychladnout v exsikátoru a zvažte. Pokud se hmotnost zjištěná po druhém žíhání liší od výsledku prvního vážení o více než o ±1 mg, žíhání zopakujte po dobu dalších 10 min až do dosažení konstantní hmotnosti.
Z naměřených údajů stanovte molární množství vody příslušející vzorcové jednotce soli (tj. počet molekul krystalové vody). Pro dokončení tohoto výpočtu je třeba znát výsledek následující pod-úlohy (identifikaci vzorku).

Stanovení rozpustnosti a identifikace vzorku
Na Mékerově kahanu vyžíhejte tři větší **označené** (fixem nebo tužkou) porcelánové kelímky do konstantní hmotnosti. Řiďte se obecnými doporučeními z výše uvedeného postupu pro zjišťování množství krystalové vody.
Rozmíchejte předloženou suspenzi vzorku a změřte její teplotu – teploměr uchyťte do klemy a zasuňte do suspenze vzorku tak, aby byla baničkа se rtutí zcela ponořená pod hladinou suspenze, ale nedotýkala se stěn baňky. Než odečtete teplotu, nechejte teploměr ponořený ve směsi alespoň 5 min.
Z usazené suspenze vzorku napipetujte do vychladlých kelímků pomocí automatické pipety 5,00 ml roztoku vzorku (při nasávání roztoku dejte pozor, abyste do špičky pipety nenasáli i pevný podíl ze suspenze). **Pozor, nastavený objem pipety odpovídá první poloze pístu!** Kelímky s odpipetovaným roztokem **zvažte na analytických vahách**. Kelímky poté postavte na síťku a opatrně zahřívejte nad nesvítivým plamenem plynového kahanu tak, aby se roztok plynule odpařoval a neprskal (pozor na ztráty materiálu). Intenzitu zahřívání regulujte tak, že budete kahan držet v ruce a pohybovat s ním. Až se vypaří voda a nebude hrozit prskání směsi v kelímku, postavte kahan přímo pod síťku s kelímky a žíhejte v maximálním žáru plamene po dobu 10 min. Nechejte kelímky vychladnout v exsikátoru.
Vychladlé kelímky zvažte a jejich žíhání zopakujte po dobu dalších 5 min. Poté nechejte kelímky opět vychladnout v exsikátoru a zvažte. Pokud se naměřené hmotnosti od sebe liší o více než o 3 mg, žíhání zopakujte po dobu dalších 5 min, než dosáhnete požadované shody hmotnosti. V případě, že se jedna z hodnot odchyluje od ostatních o více než 5 %, vylučte ji z dalšího zpracování jako odlehlou. Pokud nemáte alespoň dvojici údajů, které by se lišily o méně než 5 %, tak celé stanovení zopakujte (opět 3×).
Z naměřených údajů vypočítejte rozpustnost vzorku. Výsledky uveďte v gramech rozpuštěné látky na 100 ml roztoku, v gramech rozpuštěné látky na 100 g roztoku, v gramech rozpuštěné látky na 100 g rozpouštědla (vody), v jednotkách molární koncentrace (mol·dm^{-3}) a v jednotkách molality (mol·kg^{-3}). Vypočítejte též hustotu nasyceného roztoku při dané teplotě (v g·cm^{-3}).
Kelímky umyjte a prázdné kelímky nechejte uschnout.
Porovnáním s údaji uvedenými v **Tab. 9** identifikujte studovaný vzorek.

Tab. 9. Rozpustnosti solí (vztaženo na jejich bezvodou formu). Uvedené hodnoty jsou v gramech bezvodé soli rozpuštěné ve 100 g vody.

		teplota (°C)									
sůl	M_r	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
Li_2SO_4	109,94	34,6	34,5	34,4	34,4	34,3	34,3	34,2	34,2	34,1	34,1
Na_2SO_4	142,04	16,4	17,7	19,1	20,6	22,2	23,9	25,8	27,9	30,1	32,5
$MgSO_4$	120,36	32,3	32,9	33,5	34,0	34,6	35,2	35,8	36,3	36,9	37,5
$MgCl_2$	95,21	54,2	54,3	54,4	54,6	54,7	54,8	54,9	55,0	55,2	55,3
$CaCl_2$	110,98	72,6	74,0	75,5	77,2	78,9	80,7	82,7	84,8	87,0	89,3
Na_2CO_3	105,99	19,4	20,6	21,8	23,2	24,6	26,2	27,8	29,6	31,4	33,4

V případě, že si nejste jisti přiřazením dané soli, určete v ní přítomný kation pomocí tzv. *plamenové zkoušky*. Atomy řady kovů (zvláště alkalických kovů a alkalických zemin) a některých dalších prvků se při teplotě plamene excitují. Při deexcitaci pak vyzařují excitační energii v podobě viditelného světla odpovídající vlnové délky. Tohoto jevu se často využívá v zábavní pyrotechnice – podle použitého kationtu/prvku v pyrotechnické složi mají odletující jiskry různou barvu.

Plamenová zkouška se realizuje následovně: v nesvítivém plamenu se vyžíhá drátek z inertního materiálu (např. platiny,[7] ale lze využít i ocelový drátek, např. kancelářskou svorku, nebo tuhu do mikrotužky) do doby, než přestane barvit plamen. Během žíhání je dobré drátek občas ponořit do zředěného roztoku kyseliny chlorovodíkové – kromě omytí drátku jsou přítomné ionty kovů převáděny do podoby obecně těkavých chloridů. Na vyžíhaný drátek se poté nabere kapka roztoku vzorku, a vloží se zpět do nesvítivého plamene. Podle barvy a odstínu plamene lze poté usoudit, který kov je ve vzorku přítomen.

V přítomnosti jednotlivých prvků tak můžete pozorovat barvu např. slabě fialovou (draslík), červenofialovou (lithium), červenou (cihlovou – vápník, šarlatovou – stroncium), žlutou (sodík), zelenou (baryum, mangan nebo bór), modrozelenou (měď) apod. Přítomnost hořčíku se zabarvením plamene neprojevuje.

Barvu vašeho vzorku můžete v případě potřeby srovnat s barvou standardů obsahujících lithium, sodík nebo vápník, které jsou k dispozici v lahvičkách na vašem pracovišti.

Požadavky k uznání úlohy

Rozpustnost vzorku za dané teploty uvedená ve všech požadovaných jednotkách.
Hustota nasyceného roztoku za dané teploty.
Identifikace neznámého vzorku.
Stanovený počet molekul krystalové vody.
Protokol o provedené úloze.

[7] Předměty z platiny se v žádném případě nesmějí zahřívat svítivým plamenem – uhlíkové částice v plamenu se s platinou slučují a způsobují její křehnutí.

6. Vzor protokolu

Úloha 1: Příprava chloridu sodného

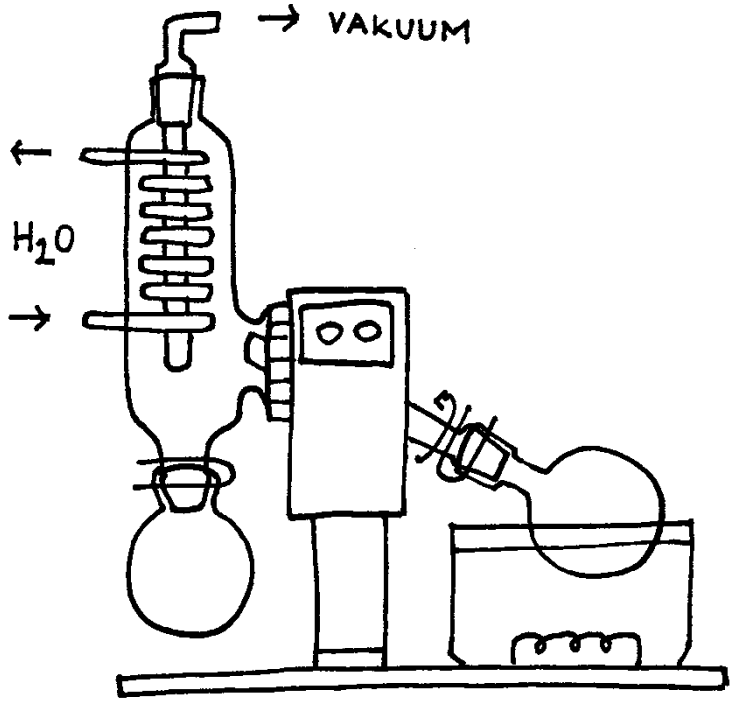
Jan Novák, skupina 15, St 8:10
Dne 7. 10. 2020

Úkolem bylo připravit chlorid sodný reakcí uhličitanu sodného a kyseliny chlorovodíkové.

Teoretický úvod a principy používaných metod
Příprava probíhá podle rovnice:

$$Na_2CO_3 + 2\,HCl \rightarrow 2\,NaCl + H_2O + CO_2.$$

Surový uhličitan obsahuje mechanické nečistoty, proto bude nutné roztok produktu zbavit těchto nečistot filtrací přes filtrační papír. Konečný produkt bude krystalizován srážením z vodného roztoku ethanolem, ve kterém je NaCl málo rozpustný. K zahuštění reakční směsi se použije *rotační vakuová odparka* (Obr. 1). Ta pracuje na následujícím principu: uvnitř rotující baňky se neustále obnovuje film roztoku na stěnách, který se ve vakuu snadno odpařuje. Proto dochází k rychlému zahuštění roztoku pod teplotou varu odpařovaného rozpouštědla. Při práci s odparkou je třeba dodržet optimální postup, který zamezí kypění a prskání odpařované směsi: na trubici se zábrusovým jádrem se pomocí svorky připevní baňka s roztokem. Baňka se roztočí. Poté se zapne membránová pumpa. Po uzavření zavzdušňovacího kohoutu je nutné vyčkat, až směs přestane prskat (v této fázi je třeba občas přes pojistný kohout připustit vzduch, aby nedošlo k překypění směsi do chladiče). Když odpařovaná tekutina přestane pěnit, baňka se zanoří do vyhřáté vodní lázně (pro odpařování vody je vhodné použít teplotu cca 60–70 °C) a obsah baňky se odpaří. Po odpaření je třeba nejdříve baňku vysunout z lázně, zavzdušnit odparku otevřením pojistného kohoutu, zastavit rotaci a sundat baňku s produktem. Membránová pumpa se vypíná až na úplný závěr, když je aparatura zavzdušněná.



Obr. 1: Rotační vakuová odparka.

Postup

Navážka 10,0 g dekahydrátu uhličitanu sodného ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$, M_r = 286,08, 35,0 mmol) byla rozpuštěna v 250ml kádince v 50 ml destilované vody. K roztoku byl pomalu za stálého míchání přikapán zředěný roztok HCl, připravený z 6,6 ml koncentrované kyseliny (36%, ρ = 1,18 g·cm^{-3}, 75,6 mmol, 2,2 eq., 10% nadbytek) a 20 ml vody. Během přikapávání směs intenzivně šuměla a pěnila. Po přidání veškeré kyseliny bylo zkontrolováno pH pomocí pH-papírku, a jeho hodnota byla cca 2. K roztoku byla přidána malá lžička aktivního uhlí a směs byla dobře promíchána. Směs byla přefiltrována přes skládaný filtrační papír do 250ml kulaté baňky a odpařena na vakuové odparce dosucha. K nažloutlému odparku byla po částech přidávána destilovaná voda do úplného rozpuštění (celkem asi 15 ml vody). Produkt byl vysrážen postupným přídavkem 100 ml ethanolu. Vyloučený produkt byl odsát na fritě S3, filtrační koláč byl po odpojení vakua rozmíchán v 10 ml ethanolu, ostře odsát a vysušen prosáváním vzduchu po dobu 5 min. Výtěžek produktu byl 2,86 g (70 %).

Výpočty

10,0 g $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ odpovídá n = 10,0 g / 286,08 g·mol^{-1} = 0,0350 mol.

Vzhledem ke stechiometrii reakce n(NaCl) = 2n($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) = 0,0699 mol, což odpovídá (při M(NaCl) = 58.44 g·mol^{-1}) hmotnosti:

m(NaCl) = 0,0699 mol · 58,44 g·mol^{-1} = 4,09 g při 100% výtěžku.

Teoretické množství kyseliny chlorovodíkové nutné pro reakci činí n(HCl) = 0,0699 mol, což odpovídá (při M(HCl) = 36,46 g·mol^{-1}) hmotnosti:

m(HCl) = 0,0699 mol · 36,5 g·mol^{-1} = 2,55 g čisté kyseliny.

Při její koncentraci 36 % to odpovídá m(36% HCl) = 2,55 g / 0,36 = 7,09 g, což při hustotě koncentrované kyseliny ρ(36% HCl) = 1,18 g·cm^{-3} odpovídá 6,01 ml. Nadbytek 10 % odpovídá objemu 6,6 ml.

Výtěžek 2,86 g NaCl činí 100 % · 2,86 g / 4,09 g = 69,9 %.

Závěr

Reakcí uhličitanu sodného s kyselinou chlorovodíkovou bylo připraveno 2,86 g chloridu sodného, což odpovídá výtěžku 70 %. Nízký výtěžek je dán částečnou rozpustností NaCl ve vodném ethanolu.

7. Harmonogram provádění úloh

Číslo úlohy, kterou v daném termínu provádíte, najdete v průsečíku řádku, označeném číslem vaší skupiny, a sloupce, označeném pořadovým číslem týdne.

7.1 Rozvrh úloh kurzu „Laboratorní technika (a)“

LT		Týden									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Skupina	1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	2	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1
	3	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2
	4	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3
	5	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4
	6	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5
	7	7	8	9	10	1	2	3	4	5	6
	8	8	9	10	1	2	3	4	5	6	7
	9	9	10	1	2	3	4	5	6	7	8
	10	10	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	11	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	12	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1
	13	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2
	14	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3
	15	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4
	16	6	7	8	9	10	1	2	3	4	5

7.2 Rozvrh úloh kurzu „Laboratorní technika (b)“

LT		Týden				
		1	2	3	4	5
Skupina	1	1	2	3	4	5
	2	2	3	4	5	1
	3	3	4	5	1	2
	4	4	5	1	2	3
	5	5	1	2	3	4
	6	1	2	3	4	5
	7	2	3	4	5	1
	8	3	4	5	1	2
	9	4	5	1	2	3
	10	5	1	2	3	4