

Ústav chemie Přírodovědecké fakulty Masarykovy univerzity



C1100k
Laboratorní technika pro konzervátory
Návody k úlohám

Brno 2011

OBSAH

LABORATORNÍ ŘÁD

PRO PRÁCI V LABORATOŘI Č. 312 A 316, II. NADPODLAŽÍ, BLOK A10 , KAMPUS BOHUNICE PŘÍRODOVĚDECKÉ FAKULTY MU PRO POSLUCHAČE BAKALÁŘSKÉ FORMY STUDIA

Práce v chemické laboratoři může při neznalosti nebo nedodržování bezpečnostních předpisů vést k poškození zdraví, v horším případě i ohrožení života ať už studentů či zaměstnanců, kteří se v případě neštěstí nacházejí v jeho okolí, rovněž materiální škody mohou dosahovat značných rozměrů.

Během úvodního cvičení jsou posluchači seznámeni s laboratorním řádem pro práci v laboratoři z anorganické chemie a znalost těchto pravidel je pro ně závazná. Jejich hrubé porušení může být ze strany vyučujícího důvodem k okamžitému vyloučení účasti studenta na laboratorním cvičení.

1. Každý student pracuje v laboratoři pouze na experimentu, který mu byl vyučujícím přidělen.
2. Posluchači jsou povinni přicházet do cvičení včas a řádně připraveni. Příprava na laboratorní cvičení zahrnuje důkladné prostudování návodu, výpočty navážek výchozích látek, výpočet teoretického výtěžku, seznámení se s laboratorní technikou, zejména operacemi, které budou v rámci dané úlohy prováděny. Posluchači musí rozumět postupu práce a znát vlastnosti látek, se kterými budou pracovat (skupenství, toxicita, hořlavost apod.). Některé údaje jsou uvedeny přímo v pracovním návodu, jiné si musí studenti hledat sami práci s literaturou dle doporučení vyučujícího.
Bezpečnostní listy chemikálií používaných v laboratořích z anorganické chemie lze najít na adrese: <http://org.sci.muni.cz/files/bezp.pdf> nebo volně přístupné v laboratoři.
3. Student se musí se zadaným úkolem v celém rozsahu seznámit předem a musí si být jist, že rozumí účelu a způsobu provádění všech operací, které jsou v návodu. Pokud má posluchač nějaké nejasnosti, musí se poradit s vyučujícím ještě před zahájením laboratorního cvičení.
4. Vyučující může studenta během laboratorního cvičení přezkoušet a z případné neznalosti vyvodit důsledky. Pokud bude posluchač přistižen při podvádění nebo hrubém porušování laboratorního řádu, nebude mu dané laboratorní cvičení uznáno a bude nucen si ho nahradit v jiném termínu, který určí vyučující.
5. Každý posluchač musí mít vlastní plášť (s dlouhým rukávem) a je povinen po celou dobu cvičení používat ochranné brýle, případně další předepsané ochranné pomůcky (ochranný štít, rukavice apod.). Do laboratoře se musí student přezouvat v prostorách k tomu určených do vhodné laboratorní obuvi. Posluchači používající vlastní dioptrické brýle jsou povinni u rizikovějších operací na doporučení vedoucího cvičení nosit i brýle ochranné.
6. Práce v chemické laboratoři je zakázána těhotným ženám a matkám do konce 9. měsíce po porodu. Posluchačka je povinna vedoucímu cvičení oznámit graviditu.
7. Každé drobné poranění, stejně jako bolesti hlavy, hučení v uších apod. je třeba neprodleně hlásit vedoucímu cvičení případně instruktorovi, kteří poskytnou první pomoc, úraz zapíše do „knihy úrazů“ a zajistí odborné ošetření lékařem. Rovněž tak mají posluchači povinnost předem ohlásit známé zdravotní problémy jako jsou alergie, dýchací problémy apod.
8. V laboratoři je zakázáno jíst, pít a kouřit, **zákaz kouření platí pro celý areál univerzitního Kampusu**. Zakázáno je též používání laboratorního nádobí k přechovávání potravin. Pro tyto účely je vyhrazena kuchyňka.

9. V laboratoři pracuje student za dozoru vedoucího cvičení nebo instruktora a smí vykonávat jen práce související s náplní cvičení. K práci používá pouze vyhrazený prostor a přidělené pomůcky, za něž osobně zodpovídá. V průběhu práce na zadaném úkolu není dovoleno se za účelem zábavy v laboratoři shromažďovat ve skupinách a rozptylovat pozornost a soustředěnost sebe a ostatních pracovníků.
10. Před zahájením práce zkontroluje každý student úplnost vybavení svého pracovního místa. Po skončení práce uvede své pracoviště do původního stavu a předá je instruktorovi nebo učiteli. Všechny závady zjištěné před zahájením práce nebo v jejím průběhu neprodleně hlásí vedoucímu cvičení.
11. K vlastnímu provedení úlohy student přistoupí až po kontrole aparatury učitelem nebo instruktorem. Student nesmí samovolně měnit předepsaný postup práce. Žádný experiment nesmí být ponechán bez dozoru ve fázi, kdy je reakční směs zahřívána nebo destilována, kdy je jedna reagující látka přidávána do reakční směsi a kdy je aparatura vystavena změně tlaku (evakuace, odsávání apod.) a teploty (zahřívání, chlazení). Opuštění budovy během cvičení je možné pouze po konzultaci s vedoucím cvičení.
12. Na nebezpečí, která vyplývají z chemické povahy reaktantů upozorňují návody, které je nutné proto číst velmi pozorně. Chemikálie je zakázáno brát nechráněnou rukou; žíravé a jedovaté látky je třeba pipetovat bezpečnostními pipetami. Při manipulaci s látkami v otevřených nádobách (např. ve zkumavkách) je nutné odvrátit ústí nádoby od obličeje a je nezbytné dbát na to, aby nesměřovalo k okolním pracovníkům.
13. Chemikálie používané v laboratoři z anorganické chemie mohou poškozovat zdraví při vdechování a samozřejmě i při náhodném požití. Proto se veškeré manipulace s látkami dýmovými a dráždivými, jedy a látkami snadno těkavými musí provádět v digestoři při spuštěném ventilátoru a co možná nejvíce staženém bezpečnostním sklu. Zde je nutno provádět i přesypávání jemně zrnitých chemikálií (např. produktů syntéz prováděných ve cvičení).
14. V laboratoři z anorganické chemie jsou používány hořlavinami I. třídy se značnou těkavostí a nízkým bodem vzplanutí (výjimkou je voda a halogenovaná rozpouštědla). Z toho důvodu se láhve nebo nádoby s těmito látkami nesmí nacházet nikde v blízkosti otevřeného ohně, nádoby musí být uzavřeny nebo se tyto látky musí nacházet v aparaturách opatřených zpětným chladičem. Je zakázáno zahušťovat reakční směsi volným odpařováním do prostoru, k tomuto účelu se používá běžná destilační aparatura nebo rotační vakuová odparka.
15. Při destilaci hořlavin musí být z okolí odstraněny všechny zásobní lahve s hořlavinami a jiné chemikálie do bezpečné vzdálenosti a v okolí musí být vypnuty všechny zdroje otevřeného plamene. Hořlaviny je zakázáno zahřívát kahanem. Pro zahřívání hořlavin je nutné používat vodní či jiné lázně nebo topná hnízda. Před započetím práce i v jejím průběhu je nutno vždy zkontrolovat přívod chladicí vody, aby nemohlo dojít k úniku hořlavých par do okolí. Je třeba mít připraveny pomůcky pro hašení požáru. Pokud se k zahřívání používá olejová lázeň, musí se její teplota udržovat na hodnotě uvedené v návodu, aby nedošlo k jejímu vznícení. Z toho důvodu musí být v olejové lázni vždy umístěn teploměr. Vnikne-li do olejové lázně voda, je třeba přerušit zahřívání a lázeň okamžitě vyměnit a ohlásit tuto skutečnost vyučujícímu nebo instruktorovi.
16. Před započetím zahřívání nádob (reakční nádoby, vyhřívací lázně) na elektrickém zařízení jako jsou vařiče, hnízda, elektromagnetické míchačky apod. je třeba vždy přezkontrolovat stav zařízení a přívodní šňůry (zařízení nesmí být mokré nebo polité hořlavinou či jinak poškozené, šňůra nesmí být nikde narušena).
17. Vařiče nebo topná hnízda zapínáme postupně k vyšším výkonnostním stupňům, až dosáhneme požadované teploty ve vyhřívací lázni nebo refluxu rozpouštědla. V této fázi musíme počítat se zpožděnou reakcí vyhřívacích těles, abychom se vyvarovali přehřátí reakční směsi. Použití

elektromagnetické míchačky bez termoregulace vyžaduje neustálou přítomnost studenta u aparatury a řízení teploty střídavým zapínáním a vypínáním vyhřívací desky.

18. Veškerá odpadní rozpouštědla se shromažďují ve sběrných nádobách roztříděných podle obsahu halogenu v molekule na rozpouštědla halogenovaná a ostatní. Odpadní rozpouštědla není dovoleno vylévat do hygienických ani chemických odpadních výlevků. K likvidaci veškerého chemického odpadu (kapalného i pevného) jsou v laboratoři vyhrazeny speciální nádoby. Do chemického odpadu lze likvidovat jen kyseliny a louhy, a to až po jejich důkladném zředění vodou. Při ředění kyselin lijeme vždy kyselinu do vody, nikoli obráceně. Při mísení kapalin vždy mícháme obsah nádoby a sledujeme teplotu směsi, mísící nádobu můžeme případně zevně chladit v proudu vody.

Při vylévání do odpadních výlevků dáváme pozor na postříkání oděvu nebo nechráněné části těla vylévaným roztokem, ten se na povrchu postupně odpařuje a tím koncentruje, takže nakonec působí v silně agresivní podobě.

19. Skleněné střepy a jiné odpadky s ostrými hranami musí být odkládány do nádob zvlášť k tomu určených.

20. Při chlazení reakčních nádob v lázních obsahujících technický ethanol nebo aceton a pevný oxid uhličitý nebo kapalný dusík je nutná opatrnost při přidávání chladicího média do daného rozpouštědla. Při neopatrné manipulaci může dojít k překypění chladicí lázně a k poranění podobnému popáleninám. S pevným oxidem uhličitým a kapalným dusíkem pracujeme vždy s ochrannými brýlemi.

21. Riziko při práci představují operace prováděné za nižšího tlaku než je tlak atmosferický jako je např. vakuová destilace, práce s rotační vakuovou odparkou, odsávání, práce s vakuovou sušárnou. Nebezpečí spočívá v tlakovém zatížení skleněné aparatury, které může v kritickém stavu způsobit implosi aparatury doprovázenou úletem drobných kousků skla do okolního prostoru. Proto dodržujeme následující zásady:

- oči chráníme vždy ochrannými brýlemi případně celý obličej ochranným štítem
- nádobí používané k takovýmto experimentům nesmí být poškozeno předchozím nárazem (drobná prasklina ve tvaru „hvězdičky“) nebo lokálním zeslabením skla vzdušnou bublinou z výroby
- pro práce za vakua zásadně používáme baňky s vypouklým dnem (kulovité, vejcovité nebo srdcovité), nikdy ne s plochým dnem Pouze pro odsávání lze použít speciální silnostěnné baňky s plochým dnem (odsávačky)
- za účelem zabránění utajeného varu nikdy nepoužíváme varné kamínky, nýbrž promícháváme obsah baňky teflonovým míchadélkem přes elektromagnetickou míchačku nebo používáme k promíchávání proudu jemných bublinek zaváděných do obsahu baňky přes speciální zábrusovou kapiláru
- končíme-li práci za sníženého tlaku, nezapomeneme vždy jako první opatrně zavzdušnit aparaturu

22. Po skončení práce je třeba zkontrolovat uzavření plynu a vody na pracovním místě a vypnout všechny elektrické spotřebiče. Rovněž je třeba zkontrolovat, zda jsou uzavřeny všechny nádoby s chemikáliemi a jsou uloženy na patřičném místě.

23. Manipulace s tlakovými lahvemi je studentům povolena pouze pod dohledem vedoucího cvičení nebo instruktora.

V Brně 11. 9. 2011

Doc. RNDr. Ctibor Mazal, CSc.
Ředitel Ústavu chemie Př. F. MU
Ing. Alena Pálková

Náplň cvičení z laboratorní techniky a její didaktický význam

- Laboratorní cvičení sestává z kolokvia (výkladu probírané problematiky), praktických cvičení a jednotlivých úloh.
- Cílem **kolokvia** je ověřit, zda studenti rozumí principům aktuální úlohy, upozornit na důležité momenty nebo případná úskalí v praktickém provedení úlohy a odpovědět na dotazy studentů.
- V průběhu **výkladu** vyučující shrne a okomentuje problematiku, jež je náplní daného cvičení, případně ji podle aktuálních potřeb rozšíří. Výklad je doplněn demonstrací odpovídajícího laboratorního vybavení a používaných přístrojů, poučením o jejich správném a bezpečném používání a dle možností též předvedením příslušných pracovních technik.
- **Praktická cvičení** mají studentům umožnit osvojit si správné provádění základních laboratorních technik a standardních procedur a naučit se sestavování běžných aparatur, jakož i obsluhu v praktiku používaných přístrojů.
- Pro studenty náročnější formu výuky představují zařazené **úlohy**, jež vedle ovládnutí různých laboratorních technik a jiných praktických dovedností vyžadují rovněž prostudování a pochopení teoretických základů úlohy a vyhodnocení naměřených údajů. Motivační role úloh spočívá ve skutečnosti, že si studenti názorně ověří platnost některých zákonitostí známých z obecné chemie a soulad získaných výsledků se skutečností (např. při stanovení M_r) může podpořit jejich důvěru ve vlastní experimentální schopnosti.

Samostatná příprava studentů

Studenti jsou povinni řádně se připravit na provedení zadané úlohy a praktického cvičení. Tato příprava zahrnuje:

- Podrobné prostudování návodu k úlohám a ovládnutí teoretických základů úlohy.
- Seznámení se s používaným laboratorním sklem, přístroji a laboratorními pomůckami. Je třeba znát jejich odborné pojmenování a způsoby jejich správného použití.
- Provedení potřebných stechiometrických výpočtů a výpočtů ředění roztoků
- Prostudování bezpečnostních informací o používaných chemických látkách v odpovídajících bezpečnostních listech (BL) nebo v dostupných databázích (např. www.sci.muni.cz/php/eurochemnet). Pro tyto látky se do laboratorního deníku i protokolu uvedou jim náležející výstražné symboly (značky i význam) a R-věty i S-věty (čísla a jejich krátké znění), dle nových předpisů závazně platných od r. 2015 (Nařízení (ES) č. 1272/2008 (CLP), které obsahuje H-věty, P-věty a nové výstražné symboly nebezpečnosti ve vazbě na příslušné nebezpečí a kategorii nebezpečnosti.
- Písemné zaznamenání veškeré přípravy do laboratorního deníku.

Docházka a absence

- Laboratorní cvičení probíhá každý týden v laboratoři č. 312, event. 316, 3. patro, UKB, blok A10.
- Neúčast na cvičení je možná maximálně 2x a z toho pouze 1x z důvodů osobních. Mezi osobní důvody se počítá i to, byl-li student vyloučen z praktika kvůli nedostatečné připravenosti na danou úlohu. Každá neúčast musí být oznámena učiteli a řádně omluvena na studijním oddělení fakulty nejpozději do pěti dnů po absenci.
- V průběhu semestru nebo na konci bloku cvičení v termínech, které budou pro nahrazování určeny, bude po dohodě s vyučujícím možno nahradit nejvýše dvě zameškaná a omluvená cvičení. Omluvu provede student sám na studijním oddělení a to nejpozději do 5 dnů po skončení nemoci nebo jiné absenci. Neomluvená cvičení nahradit nelze. Mezi zameškaná cvičení se počítají i ta, ze kterých byl student vyloučen.

Podmínky vstupu do laboratoře

- Včasný příchod. Studenti jsou povinni přicházet na vyučování řádně připraveni a včas. Opozdí-li se student, bude na rozhodnutí vyučujícího, zda mu umožní absolvovat dané cvičení.
- Vhodné přezůvky a ochranný pracovní plášť
- Laboratorní deník s vypracovanou přípravou na danou úlohu
- Psací potřeby včetně kalkulačky

Kontrola připravenosti studentů

V rámci kolokvia bude prováděno přezkušování studentů (ústní nebo formou kratšího písemného testu) ze znalostí, které je nutno mít před zahájením úlohy. **Neznalost principů úlohy nebo nedostatečná příprava mohou být důvodem pro vyloučení studenta ze cvičení**, protože nepřipravený student nesplňuje požadavky na bezpečné provedení úlohy.

Průběh cvičení

V průběhu cvičení je student povinen:

- Provést úlohu podle návodů
- Dodržovat pořádek na svém pracovním místě, laboratorní řád a pokyny vyučujícího
- Za porušení těchto pravidel může být student z bezpečnostních důvodů vyloučen ze cvičení
- Veškerá naměřená data a klíčové poznatky z průběhu experimentů student zaznamená do **laboratorního deníku** (typ sešit A4). Do deníku rovněž provede všechny nezbytné výpočty související s vyhodnocením absolvovaných úloh. Zápisy v laboratorním deníku musí být trvalého charakteru, lze škrtnat.

Závěrečná služba

- Pro každý týden bude ustanovena rozpisem z řad studentů tzv. závěrečná služba, jejíž povinností bude setrvat v praktickém cvičení až do konce, dbát na to, aby studenti zanechali vlastní uklizené pracoviště.
- Povinností závěrečné služby bude rovněž uklidit veřejně používané prostory, jako např. pracovní stoly ve váhově, okolí drobných přístrojů (bodotávky, refraktometry apod.). V tomto smyslu se bude závěrečná služba řídit pokyny vedoucího cvičení nebo technika.

Ukončení cvičení je klasifikovaným zápočtem, který lze udělit při splnění následujících požadavků:

- Absolvování všech cvičení, zameškaná cvičení nutno nahradit.
- Úplné a pečlivé zápisy v laboratorním deníku.
- Znalost principů všech procvičených úloh a vlastností připravených látek. Znalosti studentů budou průběžně kontrolovány písemnými testy.
- Bezchybná znalost těchto výpočtů (koncentrace roztoků; přípravy, ředění a směšování roztoků; stechiometrické výpočty; výpočty čistoty látek z výsledků analýzy)
- Úspěšné absolvování zápočtového testu. Písemný zápočtový test bude konat v posledním týdnu semestru. Cílem testu je zjistit, zda student pochopil principy prováděných úloh, je schopen zvládat základní výpočty. Dále bude testem prověřována znalost názvosloví, struktury základních chemických a fyzikálních vlastností (reaktivita, rozpustnost, barva) všech ve cvičení používaných a připravených sloučenin a znalost metod příprav oxidů, kyselin, hydroxidů, binárních halogenidů, solí (včetně převádění jedné rozpustné soli v jinou rozpustnou sůl), komplexních sloučenin a laboratorní přípravy H_2 , O_2 , N_2 , Cl_2 , CO_2 , SO_2 , H_2O , HCl , NH_3 .

- Vypracované a včas (v příštím cvičení) odevzdané protokoly k absolvovaným úlohám, přijaté, opravené a klasifikované vyučujícím. Učitel protokol opraví a **může** ho (i několikrát) vrátit studentovi k přepracování nebo opravení. O protokolech, které byly vráceny k opravě, si vede vyučující evidenci. Při konečné klasifikaci se k vráceným protokolům přihlédne.
- Zaplacené rozbité sklo. Každý student je zodpovědný za laboratorní sklo a pomůcky, které jsou mu půjčovány. Dojde-li k jejich neopravitelnému poškození, z nedbalosti, neuposlechnutí pokynů pedagogického dozoru nebo neznalostí, je povinen student uhradit plnou cenu pomůcky. V laboratorním cvičení pomocník nebo vyučující zapisuje rozbité sklo. Prvních 6 týdnů se považuje za dobu hájení, po této době je nutno se bude za rozbité sklo platit, max. do výše 2000 Kč.
- Konečná částka úhrady je každému studentovi sdělena na konci semestru. Platba probíhá u paní Veselské - ekonomka ústavu chemie, UKB, blok A12, III. patro. Po zaplacení student předá vyučujícímu potvrzení o zaplacení.

Klasifikační stupeň vyučující stanoví na základě:

- Hodnocení připravenosti studenta k provedení jednotlivých úloh a úrovně vypracované písemné přípravy v laboratorním deníku.
- Výsledků kontrolních testů.
- Hodnocení odevzdaných protokolů.

Závazné pokyny pro práci s laboratorním deníkem

Všeobecné požadavky

- Používejte výhradně sešit formátu A4 s pevnými deskami. Volné listy v kroužkové nebo jiné vazbě nejsou povoleny. Deník viditelně podepište. Očísľujte jednotlivé stránky deníku. První dvě strany nechte volné na vytvoření obsahu deníku.
- Do deníku se píše zásadně vlastní rukou. Pište čitelně. Pokud nečitelnost zápisů přesáhne únosnou mez, budou laboratorní deníky vráceny k přepracování.
- Každá úloha musí začínat na nové stránce.
- Pokud má úloha více částí a některé z nich (většinou analytická stanovení) budete provádět ve více cvičeních, vynechejte si potřebný počet stran na zápisy.
- Zápisy v laboratorním deníku budou kontrolovány, zvláště domácí příprava na úlohu daného cvičení včetně přípravných výpočtů.
- Laboratorní deník s vypracovanou přípravou je jednou z podmínek vstupu do laboratoře.

Struktura zápisů v laboratorním deníku

- Datum konání cvičení, číslo a název úlohy. Uvádějte číslo úlohy podle skript a ne pořadové číslo daného cvičení v semestru.
- **Princip.** Popište stručně a výstižně, na jakém chemickém principu je založena daná úloha, klasifikujte typ chemické reakce. Reakci popište chemickou rovnicí. Uveďte rovnice u titrací a zkumavkových důkazů. Nezapomeňte na vyčíslení rovnic (pozor na koeficienty, počet molekul vody v hydrátech).
- Vypište všechny chemikálie, se kterými budete pracovat nebo je připravíte. U nebezpečných látek použitých v úloze uveďte čísla R- a S-vět a z nich vypište vlastnosti týkající se nebezpečnosti dané látky (jedy, hořlaviny, karcinogeny, atd.).
- Uveďte molární hmotnosti použitých látek, hustoty kapalin, koncentrace použitých roztoků.
- **Přípravné výpočty.** Uveďte zde všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky pro reakci, příprava roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, určení limitujícího reagentu, teoretický výtěžek v g a %, atd. Jsou-li součástí úlohy analytická stanovení, například titrace, pak zde uveďte jejich rovnice, proč budou použity a o jaký typ stanovení se jedná, koncentrace a faktor odměrného činidla, výpočet navážky pro titraci. Doporučujeme provádět rozměrové zkoušky. Všeobecně se u jednotek dnes již nemá používat tečka a lomítko, ale mezera a exponenty (například m s^{-1}).
- Postup popište stručně a s logickou strukturou. Neopisujte návody.
- **Pozorování a výpočty.** Během práce si vše pečlivě zaznamenávejte do laboratorního deníku. Zapisujte si pozorované jevy, získané hodnoty a uveďte potřebné výpočty. Heslovitě uveďte, čeho se daný výpočet týká. Uveďte vzorce, dosazení (pozor na jednotky, počet platných číslic včetně platné nuly musí odpovídat přesnosti měření), nezaokrouhlený výsledek, zaokrouhlený výsledek na odpovídající počet platných míst a jednotky. Uveďte skutečné i relativní výtěžky.
- **Závěr.** Zapište vlastní pozorování, popis produktu, číselné a slovní vyjádření dosažených výsledků, popřípadě zda experimentální výsledky souhlasí s očekáváním nebo důvody proč nesouhlasí, a podobně.
- **Záznamy v laboratorním deníku použijte pro vytvoření laboratorního protokolu.**

Závazné pokyny pro vypracování protokolů

Protokoly musí být odevzdány ve cvičení následujícím po cvičení, ve kterém byla úloha provedena, obsahují následující prvky a musí vyhovovat níže uvedeným podmínkám (tučně jsou uvedeny závazné nadpisy jednotlivých částí protokolu):

Všeobecné požadavky:

- Protokoly pište na samostatné listy (popřípadě dvojlisty) formátu A4 jedno- nebo oboustranně. Listy jednoho protokolu spojte sešívačkou.
- Pokud budete vypracovávat v jednom cvičení více úloh, zpracujte každou úlohu zvlášť v samostatném protokolu.
- Lze psát ručně nebo na počítači, na kterém můžete zároveň také generovat do protokolu obrázky (grafy) a tabulky. Při kreslení grafů se řiďte pokyny pro jejich vypracování, které jsou uvedeny u jednotlivých úloh (např. je dobré dodržovat navrhovanou velikost měřítka na ose apod.) Využití počítače je vhodné (čitelnost, zvládnutí zacházení s textovými editory, tabulkovými kalkulátory atd.), ale ne nezbytné, i ruční nakreslení grafu vede k osvojení dovedností, které vám počítač nenabídne. Pokud budete psát ručně, bude brán zřetel i na čitelnost. Pokud nečitelnost přesáhne únosnou mez, budou protokoly vráceny k přepracování.
- Pište stručně, logicky a věcně. Neopisujte doslovně návody.

Hlavička protokolu:

Jméno a příjmení:

Úloha č.:

Datum: (konání cvičení)

(Uvádějte číslo úlohy podle skript a nikoliv pořadové číslo daného cvičení v semestru)

Princip: Popište stručně a výstižně, na jakém principu je založena daná úloha. Z vašeho popisu musí být zřejmé, že úloze rozumíte a že jste pochopili, co se vlastně v dané úloze má procvičit a co se máte naučit.

Příklady:

Úloha č. 5: *Dělení směsi látek krystalizací*

Princip: Dělení je založeno na rozdílné rozpustnosti síranu sodného a chloridu sodného za laboratorní a zvýšené teploty a oddělení vykrystalovaného síranu sodného filtrací.

Úloha č.10: *Měření bodu tání dihydrátu kyseliny šťavelové*

Princip: Současné vizuální sledování teploty a přechodu pevná fáze-kapalina.

Pokud při vypracování úlohy postupujete podle chemické rovnice (např. titrace, stanovení molární hmotnosti kovu), je vždy nutné uvést správně vyčíslené rovnice.

Postup: Stručně až heslovitě (může být i stylem osnovy), ale musí mít logickou strukturu. Uveďte zde všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky pro přípravu standardního roztoku, příprava roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, atd.

Vyhodnocení úlohy: Po skončení prací na úloze proveďte potřebné výpočty, nakreslete grafy a obrázky.

Závěr: vlastní pozorování, číselné a slovní vyjádření naměřených výsledků, popřípadě zda experimentální výsledky souhlasí s teorií nebo důvody proč nesouhlasí, a podobně.

Jak provádět výpočty, kreslit grafy a tabulky

A) Naměřené hodnoty, jejich vyhodnocení, výpočty:

- Naměřené hodnoty je užitečné uvádět souhrnně do tabulky. Návrh, jak má tabulka vypadat, bývá zpravidla uveden v návodu k úloze.
- Pokud je zapotřebí provést výpočty, které s naměřenými hodnotami souvisejí, pak heslovitě. V záhlaví výpočtu uveďte, čeho se daný výpočet týká.
- Uveďte použité vzorce, proveďte dosazení vašich naměřených hodnot (pozor na jednotky, počet platných číslic včetně platné nuly musí odpovídat přesnosti měření), nezaokrouhlený výsledek, zaokrouhlený výsledek na odpovídající počet platných míst a jednotky. Doporučujeme provádět rozměrové zkoušky. Všeobecně se u jednotek dnes již nemá používat tečka a lomítko, ale mezera a exponenty (například m s^{-1}).

Příklad: Výpočet počtu molů ze stavové rovnice pro ideální plyn (naměřený objem 125 litrů za normálního tlaku, teplota 20 °C)

$$n = pV/RT = 101325 \cdot 0,1250 / (8,314 \cdot 293,15) = 5,79243 \div 5,79 \text{ mol}$$

$$\text{Rozměrová zkouška: } [n] = \text{N m}^{-2} \cdot \text{m}^3 / \text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1} \cdot \text{K} = \text{mol}$$

- Uveďte všechny výpočty; pokud se opakuje řada stejných výpočtů, stačí uvést kompletní příklad jednoho výpočtu, a pak u dalších už jen dosazení do rovnic (neopisovat stejné vzorce).
- Pokud při vypracovávání úlohy postupujete podle chemické rovnice (např. titrace, stanovení molární hmotnosti kovu), je vždy nutné uvést kompletní příklady výpočtů podle nich.
- Kvůli rychlé orientaci rozumně zvýrazněte výsledek (např. dvojitým podtrhnutím, zvýrazňovačem apod.)
- Je naprosto zbytečné švindlovat či opisovat, protože vaše výpočty jsou vyučujícím kontrolovány.

B) Tabulky

Tabulky jsou součástí výpočtů a výsledků, ale mohou být uvedeny i na samostatných listech. Princip vytváření jakýchkoliv grafických způsobů předání informace (**tabulek a obrázků**) je zřejmý: když jiný člověk dostane vámi vypracovanou tabulku nebo obrázek bez jakýchkoliv dalších informací, musí mu být na základě údajů v nich uvedených jasné, oč jde a čeho se týkají. Zpravidla mívají standardní strukturu:

- **Nadpis** uvádí úplný popis toho, co je v tabulce zachyceno (symboly veličin v závorkách, pokud je to pro vysvětlení třeba), čeho se experimentálně (či teoreticky) týká, popřípadě za jakých podmínek bylo měření provedeno, hodnoty veličin, které byly konstantní, atd. V textu se pak odkazujete na tabulku 4 a podobně. Pozor na neúplné nadpisy! **Nadpis tabulky vždy předchází samotné tabulce.**

Příklady:

Tabulka 4: Zjištěné spotřeby (V_{HCl}) odměrného roztoku 0,1 M HCl ($f = 1,0008$) při acidimetrické titraci roztoku NaOH pro stanovení jeho molární koncentrace.

Tabulka 12: Retenční faktory (R_F) eugenolu a acetyleugenolu v různých rozpouštědlech na tenké vrstvě silikagelu (Silufolu) při 293 K.

- **Hlavička tabulky** je od nadpisu oddělena vodorovnou čarou. Obsahuje symboly veličin a pod nimi jsou uvedeny jednotky. Vysvětlení symbolů je buď přímo v názvu tabulky (viz výše uvedené příklady) anebo v legendě v samotné tabulce. Experimentální hodnoty můžete převést na čísla obsahující faktor 10^n . Tento faktor pak nemusíte opakovat v celém sloupci hodnot, ale uvedete ho do hlavičky podle vzoru:
Naměřená veličina je $V = 12700 \text{ jednotek} = 1,27 \cdot 10^4 \text{ jednotek}$, což lze vyjádřit i jinak, např. $V \cdot 10^{-4} = 1,27 \text{ jednotek}$ a také $V \cdot 10^{-4} / \text{jednotka} = 1,27$. Do hlavičky sloupce v tabulce pak napište $V \cdot 10^{-4}$, jednotka, resp. nebo $V \cdot 10^{-4} / \text{jednotka}$, a do sloupců hodnot 1,27.
Hlavička je od sloupců hodnot opět oddělena vodorovnou čarou.
- **Sloupce tabulky** obsahují naměřené nebo jim odpovídající hodnoty (např. získané výpočtem). Nemusí být odděleny svislými čarami, ale dané hodnoty musí být seřazeny pod sebou, s odpovídající přesností a počtem platných míst. Nula v tabulce znamená, že tato hodnota byla experimentálně nalezena. Chybí-li údaj, napište na jeho místo pomlčku. V tabulce nesmí být žádné prázdné místo.
- **Legenda** k tabulce se nachází těsně pod tabulkou a zahrnuje vysvětlivky symbolů veličin v hlavičce tabulky a poznámky (je-li jich třeba). Odkaz na symbol či poznámku se uvádí jako horní pravý index (hvězdičky, čísla a podobně) u dané hodnoty anebo symbolu.
- Dole je celá tabulka opět uzavřena vodorovnou čarou.

Příklad tabulky:

Tabulka 25: Teploty varu některých rozpouštědel a jiných látek a jejich azeotropických směsí a jejich složení za normálního tlaku (101 325 Pa)

<i>soustavy s maximem</i>					
složky		teploty varu/ °C			obsah složky B v azeotropické směsi/ %
A	B	t_V a)	t_V b)	t_V c)	
voda	H ₂ SO ₄	100	147	338	98,7
voda	HCl	100	-85	110	20,2
voda	HClO ₄	100	110	203	71,6
chloroform	aceton	61,1	56,3	64,5	20,5
<i>soustavy s minimem</i>					
složky		teploty varu/ °C			obsah složky B v azeotropické směsi/ %
A	B	t_V a)	t_V b)	t_V c)	
voda	ethanol	100	78,3	78,15	95,6
voda	anilin	100	184,4	75	18,2
ethanol	CCl ₄	78,3	76,8	65	82,8
sírouhlik	aceton	48	56,3	39,2	33

Legenda: a) teplota varu složky A b), teplota varu složky B c) teplota varu azeotropické směsi

C) Obrázky a grafy

Grafy, spektra, uvádějte na samostatném listu milimetrového (ruční zpracování) nebo obyčejného papíru (počítačové zpracování). Každý graf nakreslete do uzavřeného rámečku.

Nákresy aparatur, reakční schémata, apod. kreslete na volný list nelinkovaného papíru; zásadně používejte jen tužku anebo pastelky.

Graf obsahuje následující základní prvky:

- **Popis grafu, obrázku:** Zpravidla se popis obsahu grafu nebo obrázku uvádí pod obrázek, některý software však umísťuje popis obrázku nahoru.

Příklad:

Obrázek 58: Kalibrační křivka (závislost indexu lomu – n_D^{25} na složení) směsi aceton-toluen pro určení složení frakcí odebíraných při prosté destilaci této směs.

V textu se pak odkazujete na obrázek 58 a podobně. Znovu pozor na neúplné nadpisy!

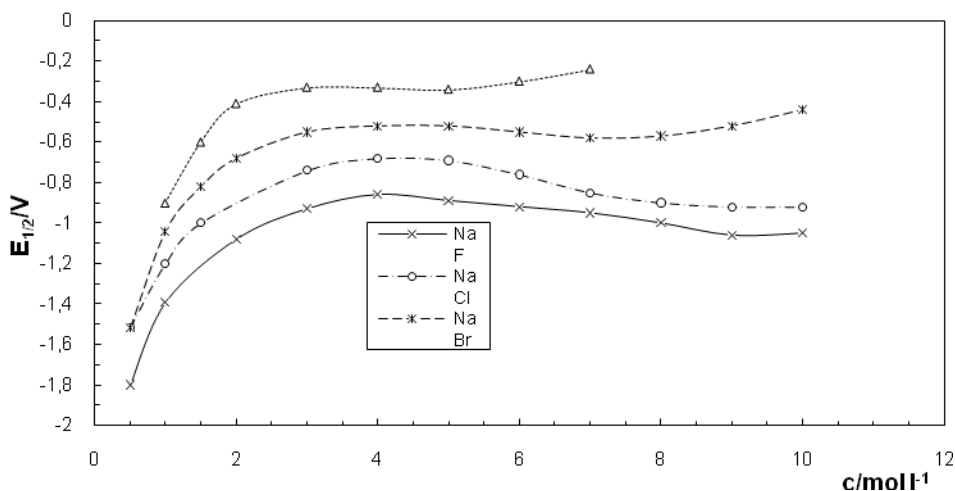
- **Osy:** zvolte vhodné měřítko tak, abyste dosáhli optimálního rozložení bodů na papíře, tedy maximálního využití plochy rámečku (či milimetrového papíru). V návodech pro úlohu bývá zpravidla uveden návrh velikosti měřítka jednotlivých os. Osy označte hlavním a případně vedlejším dělením. Uveďte číselný popis hlavního dělení os v odpovídající přesnosti. **Nikdy nevyznačujte na osy hodnoty vynášených bodů.** Na levém a spodním okraji grafu uveďte symboly proměnných (vysvětleny v nadpisu) s jednotkami (příklad: $c/\text{mol dm}^{-3}$). Symboly proměnných a jednotek se umísťují mezi předposlední a poslední kótu při pravém dolním a levém horním rohu rámečku.
- **Body a čáry:** hodnoty (souřadnice) experimentálních bodů se do grafu neuvádí, jsou obvykle uvedeny v odpovídající tabulce. Symboly bodů se vynášejí zřetelně (kroužky, křížky, trojúhelníky, ...) v přiměřené velikosti. Pokud je více křivek v jednom grafu, je nutné použít pro každou křivku jiný symbol bodů. Pro snadné a jasné sledování průběhu protínajících se křivek použijte různé typy čáry (plná, čárkovaná, čerchovaná, ...). Při použití barev se musí shodovat barva daného symbolu bodů a

odpovídajícího proložení (křivky). Nelze pak použít jednu barvu pro více křivek, pokud křivky nejsou rozlišeny typem čáry.

- **Prokládání křivek:** je-li z teorie anebo zkušenosti znám průběh, prokládejte křivku rovnoměrně mezi body („ustřelené“ body se ignorují). Nikdy body mezi sebou nespojujte lomenou čarou, příroda se zpravidla takto nechová. Vypočítané proložení (například z lineární regrese) vynášejte přesně, jak vyšlo, a nikoliv od ruky. Vypočtené body však do grafu nevynášejte. Pokud je jasné, že křivky musí procházet určitým bodem (například nulou u kalibračních závislostí), nebo se protínat na osách (křivky g a l fázových diagramů) a podobně, pak i proložení musí respektovat tuto skutečnost. Nelze vynášet křivky do oblastí, kde dané závislosti nemají fyzikální smysl (například záporné hodnoty).
- **Legenda** se využívá v případě, že graf obsahuje více křivek a všechny popisné údaje nelze přehledně zachytit v jedné větě názvu grafu. Zde jsou umístěny upřesňující údaje.
 - křivky jsou označeny čísly a vysvětlení významu jednotlivých křivek je v legendě uvedeno.
 - další možností formy legendy je malá tabulka bez jakéhokoliv nadpisu na vhodném volném místě hlavní plochy grafu a obsahuje symboly bodů a příslušných vzorů čar (i s typy) v odpovídajících barvách s přesnými poznámkami, čeho se dané křivky týkají.
 - třetí možností nejméně vhodnou je na vhodném místě v těsném sousedství odpovídající křivky uvést upřesňující popis tak, aby nemohlo dojít k záměně s jinou křivkou (použít šipky).

Příklad počítačového zpracování obrázku (grafu):

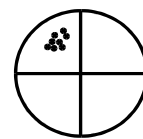
Obrázek 12: Graf závislosti půlvlnového potenciálu vodných roztoků halogenidů sodíku na molární koncentraci při teplotě okolí.



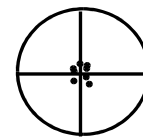
Umíst'ování tabulek naměřených a vypočtených hodnot do grafů je zakázáno!

Měření, chyby měření a způsoby zapisování výsledků

Měření každé fyzikální veličiny je spojeno s určitou nepřesností – chybou. Opakovaná měření se od sebe liší, proto se drobné odchylky jsou obvykle uvádějí na posledním místě výsledku.



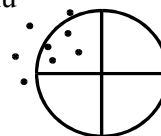
Přesné, nesprávné



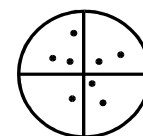
Přesné, správné

- **Měření** se chápe jako odečtení hodnot na stupnici, včetně odhadu posledního místa výsledku na desetinu nejmenšího dílku stupnice.

- **Přesností měření** se rozumí rozdíl mezi jednotlivými výsledky. Závisí na schopnostech experimentátora.



Nepřesné, nesprávné



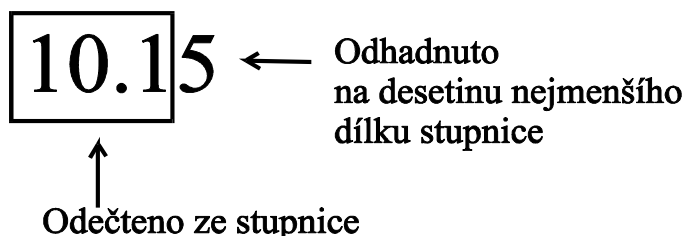
Nepřesné, správné

- **Správnost** měření je chápána jako rozdíl mezi výsledky měření a skutečnou hodnotou. Závisí na kvalitě měřicího přístroje.
- Pod pojmem **platná číslce** se rozumí čísla odečtená ze stupnice, včetně posledního odhadnutého místa.

- Nuly mezi desetinnou čárkou a první nenulovou číslicí **nejsou** platné číslice.
Příklad: $10,15 \text{ cm} = 0,1015 \text{ m} = 0,0001015 \text{ km}$ (vždy 4 platné číslice)
- Nuly za nenulovými číslicemi ve výsledku vyjádřeném desetinným číslem **jsou** platnými číslicemi, např. $10,00 \text{ cm} = 0,1000 \text{ m}$
- Nuly na konci výsledku, který neobsahuje desetinnou čárku, **mohou**, ale **nemusí** být platnými číslicemi, záleží na přesnosti měření. Proto pro jednoznačnost se používá **exponenciální** zápis: jedno místo před desetinnou čárkou, desetinná místa odpovídající přesnosti měření, exponent jednotka.
Příklad: $10,15 \text{ cm} = 101500 \mu\text{m} = 1,015 \cdot 10^5 \mu\text{m}$

- **Chybu měření** předpokládáme minimálně v rozmezí ± 1 posledního místa.

Příklad: Měříme délku pravítkem, kde nejmenší dílek je 1 mm, naše schopnost odhadnout přesnost měření je 0,1 mm



Zápis naměřené hodnoty:

výsledek měření $10,15 \text{ cm}$
nesprávný výsledek měření 10 cm má být $10,00 \text{ cm}$
(s ohledem na možnou přesnost měření)

- **Chyby měření** mohou být:

náhodné – statistické	
hrubé	nesoustředěnost experimentátora při práci
systematické	např. nesprávná kalibrace

- **Exaktní čísla** mající nekonečný počet platných míst (nuly), nemají chybu měření, např.
 - čísla 7.000000000
 - počet lidí, pokusů, ... 5 lidí, 20 pokusů
 - převodní faktory 1 týden = 7 dní
 1 inch = 2,54 cm
 - definice 0 °C = 273,15 K
- **Absolutní chyba měření** se vyjadřuje na posledním platném místě (nejméně ± 1). Pro její určení je zapotřebí více měření jedné veličiny (např. spotřeby odměrného roztoku při titraci jednoho vzorku – titruje se minimálně 3x)
- **Relativní chyba** (v %) je dána poměrem: **(absolutní chyba měření /výsledek měření) x 100.**
- **Operace s platnými číslicemi**

Sčítání a odčítání: výsledek má tolik DESETINNÝCH míst, jako má číslo s nejmenším počtem desetinných míst

Příklad: Naměříme délku 2,5 cm pomocí pravítka a 1,2 μm pomocí mikrometru

sečteme	2,5	cm	s chybou ± 0.1 cm
	+0,00012	cm	s chybou ± 0.00001 cm
výsledek není	2,50012	cm	
nýbrž	2,5 cm,	protože chyba prvního měření převyšuje řádově hodnotu druhého měření.	

Pozn. Pokud je jeden ze sčítanců celé číslo, výsledek nemá žádné desetinné místo, vyjma případu, kdy sčítanec je celé exaktní číslo.

Násobení a dělení: výsledek má tolik PLATNÝCH číslic, jako má číslo s nejmenším počtem platných číslic

Příklad: Počítáme počet molů ze stavové rovnice pro ideální plyn $pV = nRT$

$$p = 748 \text{ torr} = 99,7 \cdot 10^3 \text{ Pa}$$

$$V = 1254 \text{ ml} = 1,254 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$$

$$T = 25 \text{ }^\circ\text{C} = 298 \text{ K}$$

$$R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Přesným výpočtem je počet molů $n = pV/RT = 5,04622 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$,
podle počtu platných míst upraveno na $n = 5,05 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$.

- **Zaokrouhluje se až konečný výsledek.**

Závěrečné upozornění k protokolům:

Pokud protokoly nebudou splňovat výše uvedená doporučení (normy), budou vráceny k opravení a v neúnosných případech k celkovému přepracování. Nejedná se o svévolné trápení nevinných (daleko víc jsou týráni ti, kteří musí po vás takový protokol číst a kontrolovat), ale o to, abyste si zvykli na odpovídající písemnou či grafickou formu projevu, kterou v budoucnu oceníte například při sepisování diplomových prací, odborných zpráv a publikací.

Návody k praktickým cvičením

A Filtrace za atmosférického tlaku, filtrace za horka

Filtrace za atmosférického tlaku patří mezi nejužívanější nejen laboratorní separační metody. Pro oddělení tuhé fáze (sraženiny, krystalů v matečném louhu, mechanické nečistoty, apod.) od fáze kapalné se užívá mnoho druhů filtračního materiálu (papír, skleněný papír, textilní filtry, membrány nejrůznějšího provedení, skleněné průlinčité destičky, tzv. frity), které se umísťují do jednoduchých zařízení, jako jsou např. nálevky, speciální rámy apod. Filtrace atmosférického tlaku probíhá gravitačně. Sraženinu na filtru je nutno zpravidla promýt vhodným promývacím rozpouštědlem (voda, ethanol, aceton, ether apod.) nebo lze užít i roztok nějaké látky. Odfiltrovaný podíl se pak suší volně na vzduchu nebo v sušárně při vhodné teplotě.

Filtraci horkých roztoků výše uvedeným způsobem lze provést ve speciálních vyhřívaných nálevkách.

Úkol:

1. Přes hladký a skládaný filtr přefiltrujeme po 50 cm³ suspenze Fe₂O₃ ve vodě a sledujte rychlost filtrace.
2. Filtraci proveďte také přes hladký filtr na analytické filtrační nálevce.

Pracovní postup

- Na stojan přichyťte filtrační kruh, do kruhu vsuňte filtrační nálevku, pod nálevku postavte kádinku tak, aby se stopka nálevky dotýkala stěny kádinky.
- Vystříhnete z archu filtračního papíru filtr, upravte jej do žádané podoby, vložte ho do nálevky a navlhčete vodou ze stříčky.
- Do kádinky odměřte odměrným válcem 50 cm³ suspenze Fe₂O₃ ve vodě.
- Zfiltrujte jednu směs přes hladký filtr a druhou přes skládaný filtr. Sledujte rychlost filtrace.
- Stejným způsobem proveďte filtraci pomocí analytické filtrační nálevky.
- Filtráty vylijte do výlevky, filtr vhodte do nádoby na chemický odpad a použité sklo umyjte.

B Filtrace za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce

Filtrační proces lze významně urychlit, je-li tlak pod filtrem snížen. Snížení tlaku v nádobě (např. odsávací baňka) se dociluje vývěvami. Filtrační materiál se umísťuje nejčastěji do porcelánové dírkované Büchnerovy nálevky, skleněné nuče různé hustoty, apod. Pro filtraci platí podobná pravidla jako pro filtraci za atmosférického tlaku

Úkol: Filtrace za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce

Pracovní postup

- Na stojan připevněte svorky a držák, do držáku uchyťte odsávací baňku. Na ni položte Büchnerovu nálevku opatřenou těsnicí gumou.
- Do Büchnerovy nálevky přesně vystříhnete filtr a navlhčete ho vodou.
- K odsávací baňce připojte hadici od centrálního vakua a odsajte z filtru vodu, kterou jste filtr navlhčili. Odpojte zdroj vakua od odsávací baňky a z odsávací baňky vylijte odfiltrovanou vodu.
- Aparaturu znovu sestavte, zapojte vakuum a rychle a rovnoměrně na celou plochu filtru nalijte promíchanou směs vody s krystaly BaSO₄ (suspenzi připravte navážením 4 g BaSO₄ a rozmícháním ve 100 cm³ vody). Nechte odsát a vytlačte z krystalků pomocí skleněné tyčinky s ploškou matečný luh.
- Filtrát vylijte do výlevky nebo do speciální nádoby na odpad, odsáté krystalky látky nechte vysušit, zvažte a uchovejte v určené nádobě, filtr vhodte do nádoby na chemický odpad.
- Vše omyjte teplou vodou.

C Filtrace za sníženého tlaku na skleněné nuči

Úkol: Krystaly v matečném louhu odfiltrujte na skleněné nuči

Pracovní postup

- Na stojan připevněte svorky a držák a do držáku uchyťte odsávací baňku. Na ni položte nuč opatřenou těsnicí gumou.
- K odsávací baňce připojte hadici od centrálního vakua.
- Suspenzi látky (12 g $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ v 30 cm^3 vody) nalijte na fritu a zapněte zdroj centrálního vakua.
- Nechte odsát a vytlačte z krystalků matečný luh.

D Krystalizace, závislost rozpustnosti látek na teplotě a využití rozdílné rozpustnosti k jejich oddělování

Krystalizace z roztoku představuje v syntetické chemii velmi důležitou operaci, která umožňuje z roztoků a reakčních směsí získat čistou látku. Přitom se využívá závislosti rozpustnosti látek na teplotě. Je velmi výhodné, když se rozpustnosti látky při nízké a vyšší teplotě výrazně liší, protože pak látky snadno krystalizují – při vyšší teplotě se látka rozpustí (připraví se téměř nasycený roztok), pak se roztok ochladí a látka vykryštalizuje v důsledku menší rozpustnosti. Vyloučené krystaly se oddělí od matečného louhu zpravidla filtrací nebo odstředováním.

Úkol: Přečistěte znečištěnou kyselinu trihydrogenboritou, H_3BO_3 .

1. V baňce opatřené zpětným chladičem rozpusťte ve vodě znečištěnou kyselinu trihydrogenboritou H_3BO_3 . Během zahřívání pozorujte zpětný tok rozpouštědla (tzv. reflux).
2. Proveďte filtraci horkého roztoku H_3BO_3 na Büchnerově nálevce.
3. Filtrát ochlaďte a vzniklé krystalky izolujte filtrací za sníženého tlaku na fritě.

Pracovní postup

- Do zábrusové varné baňky NZ29/32 s rovným dnem o objemu 250 ml opatrně vsuňte teflonové míchadélko.
- Na předvážkách navažte do misky 10,0 g H_3BO_3 a navážku nasypete do baňky.
- Přilijte 100 cm^3 vody odměřené odměrným válcem.
- Na stojan položte přizvednutý zvedáček, na něj umístěte elektromagnetickou míchačku.
- Na stojan připevněte svorku a držák, do držáku uchyťte varnou baňku tak, aby dno baňky přisedlo na ploténku míchačky.
- Na olivky chladiče připojte hadice a spojte chladič s baňkou. Chladič přidělejte ke stojanu svorkou a držákem.
- Připojte přívodní hadici na olivku vodovodu a odvodní hadici zasuňte do výlevky. Pusťte mírný proud vody do chladiče a ujistěte se, zda jsou hadice dobře upevněny.
- Zapojte elektromagnetickou míchačku do sítě a nastavte intenzitu otáček míchadélka. Zapněte zahřívání.
- Zahřívejte k varu, sledujte rozpouštění kyseliny borité a reflux - děj, při němž se páry rozpouštědla dostávají do chladiče, kde jsou ochlazeny a jako zkondenzované rozpouštědlo se vrací zpět do varné baňky.
- Po rozpuštění H_3BO_3 její roztok prefiltrujte (odsajte) za horka na Büchnerově nálevce.
- Filtrát ochlaďte v ledové lázni na 5°C .
- Vykryštalizovanou H_3BO_3 izolujte filtrací za sníženého tlaku na fritě (nuči).
- Krystalky H_3BO_3 promyjte a vysušte v sušárně při 100°C .
- Vážením na předvážkách zjistěte praktický výtěžek separace a porovnejte praktický výtěžek s teoretickým možným výtěžkem.

- Použité skleněné části aparatury omyjte teplou vodou.

E Destilace za atmosférického tlaku

Směs mísitelných kapalin je možné dělit destilačními metodami. Kritériem pro účinnost dělení destilací jsou rozdíly v teplotách varu složek, které kapalnou směs tvoří. Jednoduchá (prostá) destilace je využitelná pro dělení kapalin s dostatečně velkým rozdílem v teplotách varu (cca 20 °C a více), přesto však nelze tímto způsobem složky od sebe dokonale oddělit. Dělení kapalin s blízkými teplotami varu vyžaduje využití destilace na koloně (rektifikace, frakční destilace). Pokud by mohlo při destilaci dojít k rozkladu destilovaných složek, pak lze provádět destilaci za sníženého tlaku. Teorii destilace popisují fázové diagramy, ze kterých lze vyčíst, jak asi destilace směsi dopadne.

Úkol:

1. Připravte roztok $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ k destilaci.
2. Na jednoduché destilační aparatuře oddestilujte několik cm^3 vody z vodného roztoku modré skalice.
3. Změřte index lomu destilátu Abbeho refraktometrem a porovnejte ho s tabelovanou hodnotou indexu lomu destilované vody.

Pracovní postup

- Na analytických vahách zvažte prázdnou lodičku (tj. s přesností na 4 desetinná místa) a váhy vynulujte (TAR nebo ZERO).
- Prázdnou zváženou lodičku přeneste na předvážky, předvážky vynulujte a navažte asi 1,5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- Přesnou navážku na 4 desetinná místa zjistíte přenesením lodičky s navázkou zpět na vynulované analytické váhy.
- Navážku z lodičky kvantitativně spláchněte 100 cm^3 destilované vody, předem odměřené odměrným válcem, do varné baňky. Skalici modrou řádně **rozpusťte**.
- Na stojan postavte kahan a nad kahan do vhodné výšky uchyťte žíhací kruh se sítkou.
- Nad sítku přichyťte svorku s držákem a do držáku uchyťte varnou baňku tak, aby dno baňky leželo na síťce.
- Na olivky chladiče destilačního mostu připojte hadice pro přívod a odvod vody (destilační most je tvořen pevně spojenými třemi částmi – destilační nástavec, chladič, alonž).
- Na baňku nasad'te destilační most a připevněte ho na další stojan asi v polovině jeho délky.
- Ke druhému konci destilačního mostu (alonže) postavte stojan se svorkou a držákem, do držáku uchyťte předlohu (baňku) a předlohu spojte s alonží. Spojení baňky s destilačním mostem musí být těsné a **bez pnutí**.
- Konec hadice pro odvod vody zasuňte do odpadu nebo položte do výlevky a do chladiče pusťte mírný proud vody. Do otvoru v destilačním nástavci zasuňte zábrusový teploměr.
- Varnou baňku zahřívejte kahanem a občas kontrolujte množství vody protékající chladičem. Odečtěte teplotu par, které odcházejí do chladiče. Po predestilování několika cm^3 kapaliny (všimněte si zbarvení destilátu) zahřívání přerušte.
- Po vychladnutí aparaturu kompletně rozeberte, předlohu s destilátem si uchovejte pro měření indexu lomu.
- Index lomu destilátu změřte Abbeho refraktometrem a tuto hodnotu porovnejte s hodnotou indexu lomu destilované vody (měření indexu lomu viz I).

F Vytřepávání

Extrakční metody (z lat. extrahere – vytáhnout) jsou metody založené buď na vyluhování látek z tuhé směsi rozpouštědlem (macerace, digesce) nebo na rozdílné rozpustnosti látky ve dvou vzájemně nemísitelných rozpouštědlech, která jsou vzájemně v kontaktu (vytřepávání, kapalinová extrakce).

Vytřepávání se používá jako separační metoda pro izolaci v rozpouštědle rozpouštěných produktů reakcí, k čištění rozpouštědel apod. K vytřepávání se nejčastěji používají vytřepávací (dělicí) nálevky, které jsou ve spodní části opatřeny výpustným kohoutem.

Úkol:

Pomocí dělicí nálevky vytřepejte jod z jeho roztoku ve vodě do dichlormethanu.

Pracovní postup

- Překontrolujte a seřídte si kohout na vytřepávací (dělicí) nálevce.
- Na stojan uchyťte svorku s držákem a do držáku upevněte malou dělicí nálevku. Místo držáku lze použít filtrační kruh, do kterého dělicí nálevku zasadíte.
- Pod nálevku umístěte prázdnou kádinku vhodné velikosti, která slouží jako pojistná nádoba proti případnému úniku obsahu dělicí nálevky.
- Do dělicí nálevky nalijte 10 cm³ roztoku I₂ ve vodě a 10 cm³ CH₂Cl₂.
- Dělicí nálevku uzátkujte, sundejte ji ze stojanu a obsah v baňce důkladně protřepejte (jednou rukou držte zátku, druhou rukou palcem zábrusový kohout). Nálevku obraťte stonkem šikmo vzhůru a otevřením zábrusového kohoutu uvolněte vznikající přetlak v dělicí nálevce.
- Výpustný kohout uzavřete a pokračujte ve vytřepávání. Odstranění přtlaku je po skončeném cyklu třepání samozřejmostí. Třepání opakujte aspoň 3x.
- Dělicí nálevku po vytřepání uchyťte znovu do stojanu popřípadě kruhu a vyčkejte, až se obě vrstvy oddělí. Pozorujte barevné změny během extrakce.
- Dělicí nálevku pak odzátkujte a spodní vrstvu - roztok I₂ v CH₂Cl₂ (všimněte si zbarvení tohoto roztoku) odpusťte stonkem do suché kádinky.
- Horní vodní vrstvu lze rovněž vypustit přes stonek, který jsem je nutno předtím osušit např. pomocí filtračního papíru. Jiná varianta je vylít horní vrstvu přes ústí dělicí nálevky.
- Roztok I₂ v CH₂Cl₂ nalijte do určené láhve a použité sklo vymyjte vodou a ethanolem (ethanol označený "Pro umývání skla").

G Použití Soxhletova extraktoru pro extrakci z tuhé fáze

Extrakce pomocí Soxhletova extrakčního přístroje je vhodná metoda pro izolaci určité látky ze směsi jiných látek v případě, že tato látka je v použitém rozpouštědle jen málo rozpustná (jiné rozpouštědlo použít nemůžeme nebo neexistuje). Tento druh extrakce se používá pro izolaci sloučenin z nejrůznějších směsí, zejména přírodních organických látek z rostlinného a živočišného materiálu. Soxhletův extrakční přístroj patří mezi kontinuálně pracující extraktory, které jsou konstruovány tak, že s použitím minimálního množství rozpouštědla je extrakce prováděna stále čistým rozpouštědlem. Bude-li extrakce prováděna dostatečně dlouho, získáme malé množství koncentrovaného roztoku, ze kterého můžeme vyextrahovanou látku snadno získat v čistém stavu (ochlazením, odpařením rozpouštědla, vysrážením).

Úkol

1. proved'te extrakci znečištěného PbI₂ ze směsi látek
2. ochlazením nechte vykristalovat PbI₂ z extraktu a produkt odfiltrujte
3. zjistěte praktický výtěžek v gramech i procentuální výtěžek PbI₂ z počáteční navážky.

Pracovní postup

- Na stojan upevníme varnou baňku (objem 250 cm³), do které odměříme 200 cm³ destilované vody varný kamínek. Baňku upevníme tak vysoko, aby se pod ní vešel zvedáček s topným hnízdem. Na chladič upevníme hadice na chladicí vodu
- Do papírové patrony navážíme 3 g směsi PbI₂ a patronu vsuneme do středního dílu Soxhletova extraktoru. Střední díl nasadíme na varnou baňku. Nakonec připojíme na střední díl extraktoru chladič, do kterého pustíme mírný proud vody. Extrakci provádíme alespoň dvě hodiny. Po této době (vyčkáme, až ze středního dílu extraktoru přeteče roztok do varné baňky), zahřívání ukončíme.
- Roztok PbI₂ ve varné baňce ochladíme v proudu vody a poté v misce v chladicí lázni voda - led na co nejnižší teplotu. Vyloučené krystaly PbI₂ odfiltrujeme přes Büchnerovu nálevku, promyjeme 1x 10 cm³ ethylalkoholu a vysušíme v sušárně při 100°C po dobu 15 minut. Po vychladnutí PbI₂ zvážíme a do protokolu uvedeme výtěžek PbI₂ v gramech a procentech.
- Z extraktoru vyjmeme papírovou patronu a dáme ji vysušit i se zbytkem směsi do sušárny. Střední díl extraktoru, varnou baňku a Büchnerovu nálevku vypláchneme horkou vodou. Získaný PbI₂ odevzdáme vedoucímu cvičení.

Poznámka

200 cm³ vody použijeme, když je na středním díle extraktoru uveden údaj 150 cm³. Pokud budete používat extraktor větší (250 cm³), odměřte do varné baňky 300 cm³ vody.

H Sublimace za sníženého tlaku

Sublimace, podobně jako krystalizace, patří mezi základní metody čištění a separace látek. Je to proces, kdy tuhá látka při zahřívání přechází z fáze tuhé do fáze plynné. U látek, které není možné sublimovat za normálního tlaku, protože se při vyšší teplotě rozkládají apod., se provádí sublimace za tlaku sníženého. Tento typ sublimace se nazývá sublimací vakuovou.

Úkol

Přesublimujte znečištěný SnI₄ a stanovte teplotu tání znečištěného i přesublimovaného SnI₄

Pracovní postup

- Do baňky sublimační aparatury nasypete 2 g surového SnI₄.
- Zábrus chladicího prstu namažte Ramsayovým nebo silikonovým tukem. Na chladicí prst připojte přívod a odtok vody a zasuňte jej do baňky sublimačního aparátu. Prstem necháme protékat mírný proud vody.
- Baňku ponořte do vodní lázně, kterou zahříváme plamenem kahanu tak, aby jen mírně vřela.
- Sublimační aparaturu spojte s vodní vývěvou přes pojistnou nádobu (vymrazovačku) a proveďte sublimaci.
- Po ukončené sublimaci vývěvu před zastavením nejdříve odpojíte a tím zavzdušníme baňku.
- Ukončete zahřívání a potom zavřete přívod vody do chladicího prstu. Z baňky opatrně vytáhněte chladič i prst a přesublimovaný SnI₄ seškrábejte na hodinové sklo.
- Oba zábrusy sublimační aparatury očistěte od tuku, z baňky vysypete do určené nádoby nepřesublimované zbytky, aparaturu vymyjte ethylalkoholem a dejte sušit do sušárny.
- Stanovte teplotu tání SnI₄ na Boëtiově bodotávku podle postupu v B.3.3.1. a porovnejte ji s hodnotou zjištěnou pro čistý SnI₄.
- Porovnejte strukturu a barvu SnI₄ před a po sublimaci.

I,J Měření indexu lomu

Index lomu kapalin je jejich charakteristickou fyzikální vlastností, pro čisté kapaliny je konstantou, které lze využít jejich identifikaci. Tabulkové údaje pro jednotlivé kapaliny jsou uváděny zpravidla ve formě n_D^{20} , což představuje hodnotu indexu lomu měřenou při 20 °C ve světle sodíkové výbojky. Pokud jsou podmínky měření jiné, bývá to v tabulkách uvedeno. Index lomu směsí kapalin má aditivní hodnotu, tzn. index lomu směsi je váženým průměrem indexů lomu kapalin, které směs tvoří.

Úkol: Měření indexu lomu neznámého vzorku látky

- Z deseti vzorků si vyberte nejméně dva vzorky a změřte index lomu na Abbeho refraktometru. Porovnáním naměřených hodnot n_D s tabelovanými hodnotami n_D^{20} se pokuste zjistit, o jakou látku se jedná.
- K dispozici budete mít vzorky těchto látek: destilovaná voda, ethanol, aceton, toluen, methanol, ethyl-acetát, cyklohexan, butanol, heptan, xylen.
- Hodnoty indexů lomů všech uvedených látek uveďte do tabulky. Ke srovnání naměřených a tabelovaných hodnot uvedených látek využijte např. tabulky organických nebo anorganických sloučenin, které jsou k dispozici v univerzitní knihovně UKB.

Pracovní postup

- Refraktometr připravíme k měření, pomocí zrcátka nastavíme maximální osvětlení polí v okuláru.
- Několik kapek měřené kapaliny nanese kapátkem na dolní hranol refraktometru a okamžitě na něho přitiskneme a zámkem zajistíme horní hranol (tím si zajistíme, že nám z roztoku nevytěká aceton). Po přitisknutí hranolů na sebe vznikne mezi nimi souvislá vrstva kapaliny.
- Otáčením šroubu na levé části refraktometru nastavíme barevné rozhraní viditelné v pravém okuláru do středu nitkového kříže a v levém okuláru odečteme hodnotu indexu lomu měřené kapaliny s přesností na 4 desetinná místa.
- Po skončení měření očistíme vatou styčnou plochu hranolů refraktometru a stejným způsobem provedeme měření indexů lomu ostatních vzorků.

K Stanovení teploty tání

Teplota tání je důležitou fyzikální konstantou, která charakterizuje čistou látku. Pro tání čisté látky je typický ostrý přechod skupenského stavu (tuhá látka → kapalina), který se zpravidla realizuje v rozmezí cca 0,1 °C. Pokud je tání rozvleklé, či probíhá při odlišné teplotě, pak to bývá známkou znečištění preparátu. Teplota tání se stanovuje různými způsoby, od nejjednodušších (sledování tání v kapiláře, která je ponořena do zahříváné a teplotně sledované kapalinové lázně), až po tzv. bodotávky, které umožňují sledovat tání pod mikroskopem za současné registrace teploty.

Úkol: Stanovte teplotu tání azobenzenu na Boëtiově bodotávku

Pracovní postup

- Dejte 3-5 krystalků azobenzenu - oranžová krystalická látka vyskytující se ve dvou formách *cis* (t.t. 71 °C) a *trans* (t.t. 68,5 °C) - mezi dvě mikroskopická sklička nebo je zatavte do kapiláry.
- Zapněte osvětlení mikroskopu a digitálního teploměru.
- Mikroskopický preparát umístěte do středu na stolek mikroskopu tak, aby krystaly byly umístěny nad osvětlovacím otvorem.
- Zakryjte podložní stolek mikroskopu krycím sklem.

- Zaostřete mikroskop levým velkým šroubem.
- Při stanovení přibližné teploty tání nastavte regulační odpor na hodnotu asi o 50°C vyšší, než je předpokládaná hodnota teploty tání.
- Zapněte zahřívání vypínačem.
- Pozorujte krystaly a zároveň sledujte teplotu na teploměru.
- Zapište:
 - a) teplotu, při které se začnou krystalky bortit
 - b) teplotu, kdy se objeví první kapalina, ale stále je přítomna tuhá fáze
 - c) teplotu, kdy tuhá fáze vymizí a zůstane jen kapalina
- Po roztavení krystalu zahřívání bodotávku vypneme vypínačem.
- Opatrně sejměte mikroskopický preparát, po vychladnutí očistěte sklíčka.
- Zahřátou ploténku bodotávku ochladíme.
- Po zjištění přibližné hodnoty bodu tání zopakujte měření a stanovte přesnou teplotu tání.
- Po ukončení měření vypněte ohřev bodotávku, osvětlení mikroskopu a digitální teploměr.

L Zásady práce s vakuovou odparkou

V průběhu mnoha chemických syntéz a jiných chemických operací vznikají zředěné roztoky látek. Pokud chceme rozpuštěné látky z roztoku izolovat, je nutné nadbytek rozpouštědla odstranit. Nejobvyklejší metodou je oddestilování nadbytku rozpouštědla. Použití vakuové rotační odparky představuje rychlý a šetrný způsob odstranění nadbytku rozpouštědla.

Úkol: Z roztoku $\text{Fe}(\text{acac})_3$ v acetonu odpařte za sníženého tlaku asi polovinu rozpouštědla.

Pracovní postup

- Odměřte odměrným válcem 100 cm³ roztoku $\text{Fe}(\text{acac})_3$ v acetonu.
- Pomocí nálevky přelijte tento roztok do baňky s kulatým dnem o objemu 250 cm³.
- Nasad'te baňku na namazaný zábrus odtahové trubice a zajistěte proti sklouznutí svěrkou
- Zapněte průtok chladicí vody.
- Uzavřete zavzdušňovací kohout.
- Zapněte hlavní vypínač motoru **1** a nastavte otáčky regulátorem **2**.
- Zapněte vývěvu.
- Zapněte ohřev vodní lázně vypínačem **3** a nastavte regulátorem **4** teplotu na 30 °C.
- Stiskněte pojistku **5** v rukojeti a ponořte destilační baňku do vodní lázně.
- Oddestilujte asi polovinu rozpouštědla.
- Po oddestilování požadovaného množství rozpouštědla vypněte zahřívání vodní lázně a destilační baňku vyzvedněte z vodní lázně.
- Otevřete zavzdušňovací kohout a vyčkejte, až se tlak v odparce vyrovná s atmosférickým tlakem (ustane syčení). Některé vývěvy mají zavzdušňovací systém zabudovaný a po stisknutí tlačítka stop vývěva aparaturu sama zavzdušní. V tomto případě není třeba manipulovat se zavzdušňovacím kohoutem.
- Vypněte motor rotace baňky, zastavte vývěvu a destilační baňku odpojte.
- Destilační zbytek přelijte zpět do zásobní lahve a destilační baňku vypláchněte acetonem

M Chromatografie na tenké vrstvě

Chromatografie patří mezi separační (dělicí) metody. K rozdělení směsi dochází na fázovém rozhraní nepohyblivé (stacionární) a pohyblivé (mobilní) fáze. Existuje mnoho způsobů, jak chromatografii realizovat, může být využita kvalitativně i preparativně.

U tenkovrstvé chromatografie je stacionární fází vhodný sorbent zakotvený na nějaké podložce (sklo hliníková destička, apod.), zde komerčně dostupná hliníková destička Alugram Sil G nebo SILUFOL potažená

adsorbentem silikagelem. Mobilní fázi jsou rozpouštědla nebo jejich směsi. Princip dělení spočívá v současném účinku adsorpčních a rozdělovacích dějů v uzavřené nádobě. Látky se při pohybu rozpouštědla rozdělí podle jejich schopnosti se adsorbovat a zůstanou na stacionární fázi ve formě skvrn. Kvantitativně se poloha látek v dělené směsi vystihuje veličinou R_f (retenční faktor).

Úkol

- Pomocí tenkovrstvé chromatografie (TLC) zjistěte čistotu 2,4-dinitrodifenylaminu.
- Vypočítejte retenční faktor.

Pracovní postup

- **Příprava vyvíjecí komůrky**

Nádobu určenou na chromatografii po stěnách vyložte filtračním papírem tak, aby zbylo okénko na pozorování pokusu. Na dno nádobky nalijte do výše asi 0,5 – 1 cm mobilní fázi-směs ethyl-acetát - hexan v poměru 1:4. Nádobu těsně uzavřete a počkejte až dojde k nasycení celého prostoru komůrky parami mobilní fáze.

- **Příprava silufolové destičky**

Na silufolové destičce (asi 3x6 cm) si slabě obyčejnou tužkou nad spodním okrajem naznačte body startu ve vzdálenosti 1 až 1,5 cm od sebe i od dolního a postranních okrajů destičky. 1 cm pod horním okrajem destičky souvislou čarou naznačte tzv. čelo rozpouštědla.

- **Příprava vzorku 2,4-dinitrodifenylaminu**

Na tečkovací destičku do jamky dejte pár krystalků 2,4-dinitrodifenylaminu. Pipetkou zakápněte acetonem (pozor-aceton je rychle těkavá látka, vzorek vám nesmí vyschnout, je třeba pracovat rychle).

- **Provedení**

Kapilárou naneste vzorek na body startu tak, abyste se hrot kapiláry nedotkl sypané vrstvy adsorbentu. Roztok necháme vsáknout a po vysušení postup opakujeme. Skvrny na startu mají mít co možná nejmenší průměr (nejvýše 2 až 3 mm).

Takto připravený vzorek ponořte do mobilní fáze ve vyvíjecí komůrce, uzavřete a pozorujte. Jakmile mobilní fáze dosáhne naznačeného čela ihned vyjměte destičku, zaznačte si (tužkou) polohy skvrn a nechte uschnout. Po vyschnutí změříme:

1. Vzdálenost start - střed skvrny
2. Vzdálenost start - čelo.

e) **Výpočet R_f**

Retenční faktor je poměr vzdálenosti 1. a 2..hodnota R_f se tedy pohybuje v rozmezí **0 až 1**. Je to bezrozměrné číslo. Hodnota R_f je závislá na povaze dané látky, použité mobilní fázi, typu adsorpční vrstvy, způsobu vyvíjení, teplotě a dalších faktorech.

Chromatogram si uschováte a přiložíme k protokolu.

N Odměrování objemů pipetami

Kádinky a odměrné válce jsou odměrné nádoby „na vylití“ obsahující na své stěně kalibraci v objemových jednotkách (zpravidla v cm^3). Proto určení objemu kapalin je jen orientační.

Pipety (nedělené i dělené) jsou rovněž odměrnými nádobami „na vylití“. Jsou kalibrovány při teplotě 20 °C. Při dodržení pro jejich používání, je objem kapaliny, který vyteče z pipety, přesnou hodnotou.

Úkol:

1. Odměrování přesného množství kapaliny v dělené a nedělené pipetě.
2. Práce s pipetovacím balonkem.
3. Kalibrace nedělené pipety vážením na analytických vahách.

Pracovní postup

Do kádinky nalijte asi 100 cm³ destilované vody a několikrát odměřte pipetou 20 cm³ vody do titrační baňky (do pipety nasávejte pomocí pipetovacího balonku, nikdy ne ústy!). Odměřovanou kapalinu z pipety nevyfukujte, obsah pipety nechejte volně vytéci (bez nasazeného balonku) do odměrné baňky a nakonec otřete špičku pipety o dno nebo stěnu baňky. Ve špičce pipety **zůstane** kapka kapaliny.

Pipetovací balonek ovládáme v tomto pořadí:

1. Stlačíme bod A - vytváření podtlaku v balonku.
2. Nasadíme balonek asi 1 cm na ústí pipety.
3. Stlačíme a držíme bod S - sání a nasajeme kapalinu **nad** značku.
4. Stlačováním bodu E - vypouštění dosáhneme přesného odměření kapaliny. Pozor na hladinu menisku.

Návody k úlohám

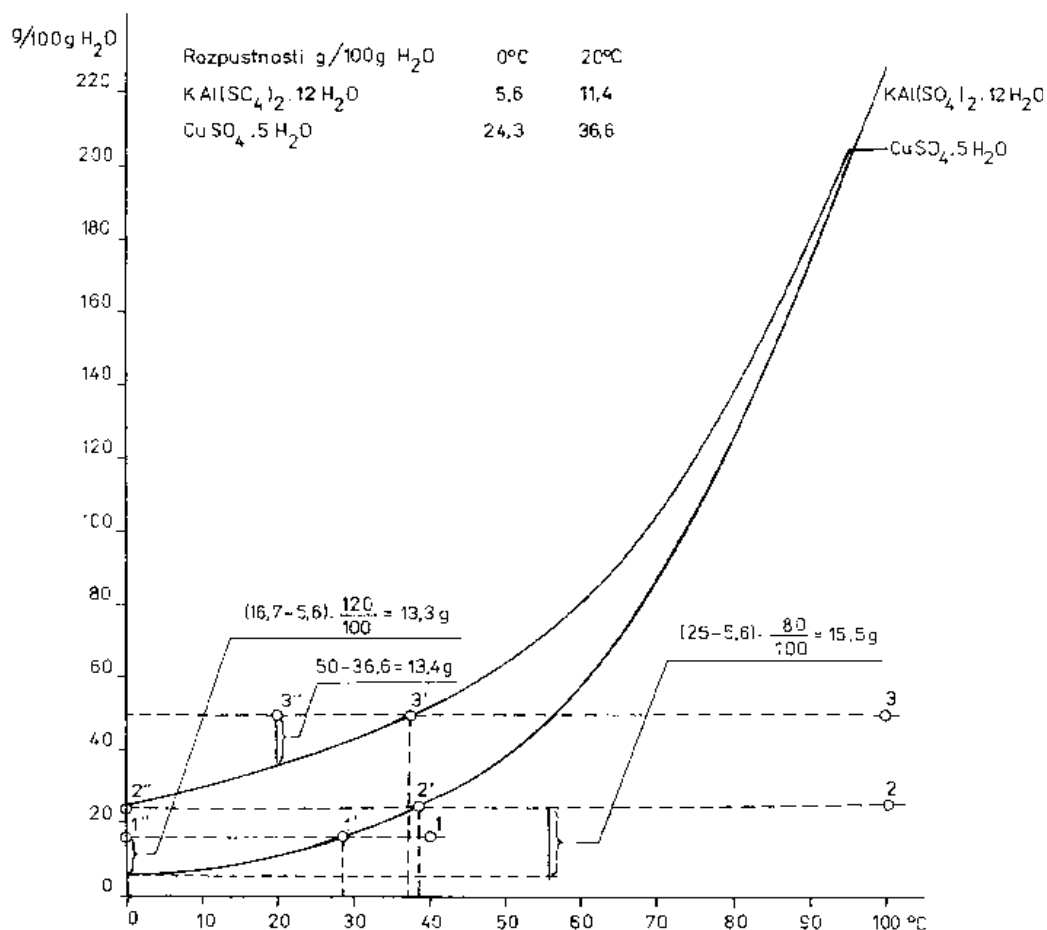
Úloha č. 1 Dělení směsi $\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{KAl}(\text{SO}_4)_2 + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Úvod

Rozpustnost tuhých látek v jednotlivých druzích rozpouštědel je různá. Některé sloučeniny jsou prakticky nerozpustné ve všech známých rozpouštědlech, jiné se naopak dobře rozpouštějí v jednom nebo i ve více rozpouštědlech. Iontové sloučeniny jsou velmi často dobře rozpustné ve vodě a jiných polárních rozpouštědlech, kdežto organické nepolární sloučeniny jsou naopak rozpustné v nepolárních rozpouštědlech a nerozpustné ve vodě.

Rozpustnost určité látky je často velmi závislá na teplotě rozpouštědla. U většiny tuhých látek se rozpustnost v daném rozpouštědle zvyšuje se vzrůstající teplotou rozpouštědla a naopak u malého množství látek, např. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ rozpustnost se vzrůstající teplotou rozpouštědla klesá. Existují i látky (např. NaCl) jejichž rozpustnost je prakticky nezávislá na teplotě rozpouštědla.

Různé rozpustnosti látek lze využít pro jejich izolaci ze směsi tzv. **krystalizací**. Z křivek rozpustnosti $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (kamenec draselno-hlinitý) a $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (modrá skalice) vyplývá, že z roztoku 20,0 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a 20,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 120 cm^3 vody ohřáté na teplotu 40 °C (to odpovídá 16,7 g obou látek ve 100 g vody - bod 1) se po ochlazení na teplotu 28 °C (bod 1') začne vylučovat $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a po ochlazení na teplotu 0 °C (bod 1'') se vyloučí $(16,7 - 5,6) \cdot 120/100 = 13,3$ g dodekahydrátu síranu draselno-hlinitého. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ se z roztoku vylučovat nebude - viz Obr. 1.



Obr. 1: Závislost rozpustnosti $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ na teplotě

Zahustíme-li uvedený roztok na objem 80 cm^3 (předpokládáme, že množství vody v tomto roztoku je 80 g), což odpovídá 25,0 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a 25,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 100 g vody (bod 2) a budeme-li tento zahuštěný roztok ochlazovat, začne se vylučovat $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ při teplotě 38 °C (bod 2') a při 0 °C (bod 2'') se z roztoku vyloučí $(25 - 5,6) \cdot 80/100 = 15,5$ g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. 4,5 g této soli zůstane rozpuštěno v roztoku. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ se nebude z roztoku vylučovat buď vůbec, nebo jen v minimální míře, protože v 80 g H_2O se při teplotě 0 °C rozpustí 19,4 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Zahuštěním filtrátu po $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ na objem 40 cm^3 (to odpovídá roztoku $50,0 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 100 g vody - bod 3) a jeho ochlazením na teplotu $20 \text{ }^\circ\text{C}$ (bod 3'') se z roztoku vyloučí $(50 - 36,6) \cdot 40/100 = 5,4 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \cdot \text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, který je v roztoku obsažen se nebude z roztoku vylučovat, protože při 20°C se ve 40 g vody rozpustí $4,6 \text{ g KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

Úkol

5. připravte směs tří látek o rozdílné rozpustnosti
6. proveďte jejich rozdělení
7. stanovte výtěžky jednotlivých separací a porovnejte je s teoretickými hodnotami
8. v literatuře vyhledejte rozpustnosti všech tří látek (gramů látky/100g H_2O) pro teploty $0, 20, 60, \text{ a } 100^\circ\text{C}$

Pracovní postup

- V třecí misce rozetřeme po částech nejprve $20,0 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a pak $20,0 \text{ g KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Obě rozetřené sloučeniny rozpustíme ve 120 cm^3 vody ohřáté na teplotu $60-70 \text{ }^\circ\text{C}$ ve 400 mililitrové kádince. Do vzniklého roztoku nasypeme ještě $5,0 \text{ g Cr}_2\text{O}_3$ a vzniklou směs promícháme.
- Cr_2O_3 , který je ve vodě nerozpustný, odfiltrujeme za horka na Büchnerově nálevce. Po odpojení odsávací baňky od vývěvy nalijeme čirý filtrát do čisté kádinky o obsahu 250 cm^3 . Teprve pak promýváme Cr_2O_3 na filtru destilovanou vodou tak dlouho, dokud není filtrát prostý aniontů SO_4^{2-} (provedeme zkoušku na sírany - k několika kapkám filtrátu přidáme ve zkumavce několik kapek roztoku BaCl_2 a pozorujeme, zdali nevzniká sraženina BaSO_4). Promytý a dokonale odsátý Cr_2O_3 převrstvíme na filtru při odpojené vývěvě 10 cm^3 ethylalkoholu, alkohol pak odsajeme a preparát vysušíme v sušárně při teplotě $100 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Do filtrátu po Cr_2O_3 , který obsahuje $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ vhodíme varný kamínek a zahříváním zahustíme roztok na objem asi 80 cm^3 (objem odhadneme pomocí měřítka na kádince). V proudu vodovodní vody a pak ve směsi vody a ledu ochladíme filtrát na teplotu $2-3 \text{ }^\circ\text{C}$ a při této teplotě směs v kádince mícháme 3 - 5 minut tyčinkou. Vyloučené krystaly $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ odfiltrujeme na fritě a pomocí tyčinky vymačkáme z krystalů při nepřerušném odsávání vodní vývěvou pokud možno veškerý matečný louh. Odpojíme odsávací baňku od vývěvy a filtrát, který vedle menšího množství $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ obsahuje $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, nalijeme do čisté kádinky o objemu 150 cm^3 . Krystaly $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ převrstvíme na fritě při odpojené vývěvě minimálním množstvím studené ($0-2 \text{ }^\circ\text{C}$) vody tak, aby všechny krystaly byly pod vodou, směs na fritě promícháme tyčinkou a vzniklý roztok po připojení vodní vývěvy na odsávací baňku odsajeme. Tímto způsobem odstraníme z krystalů $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ zbytky matečného louhu. Za nepřerušného odsávání vodní vývěvou vymačkáme z krystalů $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ pomocí tyčinky zbytky roztoku. Odpojíme vodní vývěvu, krystaly na fritě promícháme s 20 cm^3 ethanolu a ethanol pak odsajeme. $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ sušíme na kousku filtračního papíru při laboratorní teplotě.
- Do filtrátu po $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ vhodíme varný kamínek a roztok dále zahustíme na objem asi 40 cm^3 . Zahuštěný roztok ochladíme za současného intenzivního míchání na teplotu $20 \text{ }^\circ\text{C}$ a vyloučený $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ odfiltrujeme na fritě. Filtrát nalijeme do nádoby označené "Zbytky po krystalizaci" a pak

teprve promyjeme krystaly $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ na fritě ethanolem (**krystaly $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ nepromývejte vodou**). Po dokonalém odsátí vysušíme $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ rovněž při laboratorní teplotě.

Vyhodnocení

Všechny tři izolované sloučeniny po vysušení zvážíme na předvážkách a výtěžky uvedeme v protokolu do tabulky:

Navážka, g			Množství izolovaných sloučenin					
Cr_2O_3	kamenec	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Cr_2O_3		kamenec		$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	
			(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
		Max. teor. množství						
		Skutečně získané						

Úloha č. 2 Příprava odměrného roztoku NaCl, výpočet jeho koncentrace

2A Příprava roztoku NaCl, stanovení jeho hustoty pyknometricky a areometrem a výpočet jeho koncentrace

Úkol

1. Připravte 200 cm³ roztoku ze zadané navážky NaCl.
2. Stanovte hustotu připraveného roztoku pyknometricky a pomocí areometru (hustoměru). Výsledky hustoty porovnejte s tabelovanou hodnotou.
3. Vypočítejte jeho molární i molální koncentraci a koncentraci v % hm. K výpočtům využijte hodnotu hustoty vypočítané lineární interpolací z tabelovaných hodnot i hustotu zjištěnou pyknometricky.
4. Vytvořte graf závislosti hustoty na molární koncentraci.
5. Z grafu odečtěte hustotu pro molární koncentraci vašeho roztoku.

Pracovní postup

- Na analytických vahách zvažte prázdnou lodičku (tj. s přesností na 4 desetinná místa) a váhy vynulujte (TARA nebo ZERO).
- Prázdnou zváženou lodičku přeneste na předvážky, předvážky vynulujte a navažte asi 4,0 g NaCl.
- Přesnou navážku na 4 desetinná místa zjistíte přenesením lodičky s navážkou zpět na vynulované analytické váhy.
- Do odměrné baňky vsuňte nálevku s dlouhou stopkou a navážku z lodičky **kvantitativně** spláchněte destilovanou vodou ze stříčky do baňky. Lodičku i nálevku opláchněte vodou ze stříčky do baňky.
- Doplněte odměrnou baňku asi do 3/4 vodou a po rozpuštění NaCl (obsahem v baňce promíchejte) doplňte baňku vodou tak, aby meniskus roztoku ležel na značce udávající objem 200 cm³. Vodu přidávejte nejprve ze stříčky, poslední kapky přidávejte kapátkem.
- Baňku uzátkujte a několikanásobným převrácením obsah baňky důkladně promíchejte.
- Stanovte hustotu roztoku areometrem a pyknometricky.

Údaje o hustotě potřebné pro výpočet zjistíte z příložené tabulky. K určení odpovídající hodnoty hustoty pro vámi připravený roztok použijte interpolaci.

Tabulka hustot a koncentrací roztoků NaCl

c_w , % hm.	Hustota, g cm ⁻³	c_M , mol dm ⁻³
1	1,0053	0,1720
2	1,0125	0,3465
4	1,0268	0,7027
6	1,0413	1,0690

Stanovení hustoty areometrem

Areometry (hustoměry) jsou zařízení tvořená zpravidla skleněnou nádobkou, která u svého dna obsahuje hmotnou zátěž (např. kovové kuličky). Horní část areometru obsahuje měřicí trubici s vhodnou stupnicí kalibrovanou v jednotkách hustoty, např. g.cm⁻³. Areometr se po vložení do sloupce kapaliny ponoří v závislosti na hustotě kapaliny do určité hloubky kapalinového sloupce. Hladina kapaliny vyznačí na stupnici hodnotu hustoty.

Pracovní postup

- Před měřením hustoměr opláchnete vodou a otřete suchým hadříkem.
- Skleněný válec vypláchnete měřenou kapalinou (roztokem NaCl), potom ho měřenou kapalinou naplňte a pomalu do ní ponořte hustoměr.
- Jestliže se hustoměr v kapalině vznáší, odečtěte po ustálení jeho polohy hustotu kapaliny na stupnici (hustota odpovídá délku stupnice, který leží ve stejné úrovni jako hladina měřené kapaliny).

Určení hustoty kapaliny pomocí pyknometru

Pyknometr je nádobkou, která je kalibrována na přesný objem (zpravidla je kalibrován na 25 cm³) při teplotě 20 °C. Je tvořen vlastní nádobkou se zábrusovým hrdlem, do kterého se vkládá zabroušená zátka, která je opatřena kapilárním otvorem. Tato kapilára slouží k odstříknutí nadbytečné kapaliny z pyknometru tak, aby byl zachován kalibrovaný objem. Prázdný pyknometr (včetně zátky) a pyknometr s kapalinou se zváží a z rozdílu těchto hmotností a objemu pyknometru se vypočte hustota kapaliny.

Pracovní postup

- Na analytických vahách zvažte **suchý** pyknometr i se zátkou (hmotnost A).
- Pyknometr naplníte měřeným roztokem až po hrdlo a rázně ho uzavřete zátkou. Kapilárou v zátce přitom vystříkne přebytečné množství roztoku.
- Pyknometr **pečlivě** osušte filtračním papírem, přičemž jej bereme do rukou co nejméně. Odsajeme i kapičku vody u ústí kapiláry zátky.
- Osušený naplněný pyknometr se zváží (hmotnost B).
- Pyknometr vyprázdníme, řádně promyjeme destilovanou vodou, destilovanou vodou opět naplníme, osušíme a zvážíme (hmotnost C).
- Ze známého objemu a hmotnosti roztoku vypočítáme hustotu a porovnáme ji s tabelovanou hodnotou. Odečteme teplotu laboratoře a v tabulkách najdeme hustotu vody odpovídající dané teplotě.
- Po skončeném měření pyknometry vyprázdněte, vypláchněte acetonem a nechte vysušit na vzduchu, **nikdy ne v sušárně**.

B-A = hmotnost roztoku NaCl

C-A = hmotnost destilované vody

Z hmotnosti vody a tabelované hodnoty hustoty vody při dané teplotě vypočítáme objem pyknometru a použijeme pro výpočet hustoty roztoku NaCl. K získané hodnotě přičteme 0,0012, což je hustota vzduchu - prázdný pyknometr byl naplněný vzduchem.

Vypočítejte

- molární koncentraci NaCl
- molální koncentraci NaCl
- koncentraci NaCl v hmotnostních procentech
- hustotu roztoku NaCl.

Údaje o hustotě potřebné pro výpočet zjistěte z přiložené tabulky. K určení odpovídající hodnoty hustoty pro vámi připravený roztok použijte a) interpolaci b) odečet z grafu $\rho=f(c_M)$. Graf vytvořte na milimetrový papír velikosti A4.

Tabulka hustot a koncentrací roztoků NaCl

c_w , % hm.	Hustota, g cm ⁻³	c_M , mol dm ⁻³
1	1,0053	0,1720
2	1,0125	0,3465
4	1,0268	0,7027
6	1,0413	1,0690

Úloha č. 3 Stanovení faktoru 0,1 molárního roztoku NaOH Alkalimetrické stanovení koncentrace asi 0,5 molárního roztoku H₂SO₄ a stanovení jeho hustoty

Stanovení faktoru 0,5M roztoku NaOH

Úvod

Roztok NaOH o přesné koncentraci (např. 1M, 0,1M) není možné připravit rozpuštěním potřebného množství tuhého NaOH ve vodě, protože NaOH není běžně k dispozici v dostatečně čistém nebo přesně definovaném stavu. Pro alkalimetrické titrace připravujeme proto roztok hydroxidu sodného jen o přibližné koncentraci, např. přibližně 0,1 M a stanovíme jeho faktor.

Faktor roztoku je bezrozměrné číslo, které udává, kolikrát je skutečná koncentrace daného roztoku vyšší či nižší než koncentrace deklarovaná (přibližná). Pokud je tedy na etiketě označující 0,1 M odměrný roztok NaOH uvedena hodnota $f = 1,1234$, je skutečná koncentrace tohoto roztoku $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \cdot 1,1234 = 0,1123 \text{ mol.l}^{-1}$.

Úkol

- připravte odměrný roztok dihydrátu kyseliny šťavelové a vypočítejte jeho přesnou koncentraci
- zjistěte faktor cca 0,1 M roztoku NaOH alkalimetrickou titrací dihydrátu kyseliny šťavelové

Pracovní postup

a) Příprava přibližně 0,1 M roztoku kyseliny šťavelové

Na **analytických vahách** zvážíme lodičku a na ní pak 1,24 až 1,28 g (COOH)₂.2H₂O. Do hrdla odměrné baňky (100 cm³) vsuneme nálevku s dlouhou stopkou tak, aby konec stopky nálevky byl pod kruhovou značkou, která udává objem 100 cm³. Kyselinu šťavelovou naváženou na lodičce beze zbytku spláchneme vodou ze stříčky do odměrné baňky. Zbytky kyseliny, které ulpí na nálevce, spláchneme rovněž do baňky. Po rozpuštění kyseliny doplníme baňku vodou po značku (spodní okraj menisku musí ležet na kruhové značce). S použitím přesné hodnoty navážky vypočítáme přesnou koncentraci roztoku kyseliny šťavelové.

b) Faktorizace 0,1 M roztoku NaOH

Byretu naplníme roztokem NaOH, jehož faktor stanovujeme, a hladinu upravíme (buď doplněním roztokem NaOH nebo vypuštěním nadbytečného roztoku) na značku 0 cm³. Do titrační baňky napipetujeme 10,0 cm³ námi připraveného standardního roztoku (COOH)₂.2H₂O (pipetu tímto roztokem nejprve propláchneme), přidáme 2 - 3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme louhem z byrety za stálého promíchávání roztokem v baňce do červeného zbarvení. Objem spotřebovaného roztoku NaOH odečteme na dvě desetinná místa (s přesností na 0,01 cm³) a před dalším stanovením doplníme byretu roztokem NaOH. Titraci provedeme celkem 3x (spotřeby s₁, s₂ a s₃) a pro výpočet faktoru použijeme průměrnou hodnotu spotřeby louhu z těchto tří titrací (\bar{s}). Na základě stechiometrie neutralizační reakce mezi kyselinou šťavelovou a hydroxidem sodným pak vypočítáme přesnou koncentraci a faktor 0,1 M roztoku NaOH a naměřené a vypočtené hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky:

Navážka (COOH) ₂ .2H ₂ O (g)	Přesná konc. (COOH) ₂ .2H ₂ O (mol dm ⁻³)	s ₁ (cm ³)	s ₂ (cm ³)	s ₃ (cm ³)	\bar{s} (cm ³)	Faktor 0,1 M NaOH

Poznámka

Při pečlivé práci jsou spotřeby 0,1 M roztoku NaOH při jednotlivých titracích téhož roztoku v rozmezí do 0,1 cm³. Pokud by se spotřeby louhu při titracích lišily více, proveďte další titraci téhož roztoku a pro výpočet \bar{s} použijte tři nejméně odlišné spotřeby.

Příprava přibližně 0,5M roztoku H₂SO₄ a alkalimetrické stanovení jeho koncentrace, určení hustoty roztoku hustoměrem

Úvod

Připravit roztok kyseliny sírové o určité koncentraci ředěním vypočítaného množství koncentrovaného roztoku H₂SO₄ (např. 96 %) vodou není prakticky možné, protože udávaný obsah H₂SO₄ v koncentrovaném roztoku je pouze přibližný. Potřebujeme-li např. zředěný roztok H₂SO₄ pro alkalimetrické titrace, připravíme roztok o přibližné koncentraci a vhodným způsobem, nejčastěji alkalimetrickou titrací, stanovíme jeho skutečnou koncentraci.

Úkol

- připravte cca 0,5 M roztok H₂SO₄ ředěním konc. H₂SO₄ a změřte jeho hustotu hustoměrem
- stanovte přesnou molární a procentuální koncentraci připraveného roztoku na základě alkalimetrické titrace
- ze změřené hustoty a s použitím interpolace zjistěte odpovídající koncentrace z tabulek a srovnejte s koncentracemi získanými na základě alkalimetrické titrace

Pracovní postup

a) Příprava 200 cm³ přibližně 0,5 M roztoku H₂SO₄

Do odměrné baňky o objemu 200 cm³ nalijeme asi 100 cm³ destilované vody. V dělené pipetě naměříme vypočítané množství koncentrovaného roztoku H₂SO₄, potřebného pro přípravu 200 cm³ 0,5 M roztoku H₂SO₄ (koncentrovanou H₂SO₄ nenasávat do pipety v žádném případě ústy !!) a po kapkách ji vypustíme do odměrné baňky s vodou. Baňku po doplnění destilovanou vodou po značku uzátujeme a roztok v ní promícháme. Po ochlazení roztoku na laboratorní teplotu znovu doplníme roztok v baňce po značku destilovanou vodou.

b) Alkalimetrická titrace připraveného 0,5 M roztoku H₂SO₄

Pro alkalimetrickou titraci musíme připravený přibližně 0,5 M roztok H₂SO₄ nejdříve 10x zředit vodou. Do suché čisté kádinky nalijeme asi 40 cm³ připravené 0,5 M H₂SO₄ a pomocí bezpečnostního nástavce ji nasajeme do pipety o objemu 10 cm³. Obsah pipety vypustíme do výlevky a toto promytí pipety ještě jednou opakujeme. Propláchnutou pipetou do odměrné baňky o objemu 100 cm³ napipetujeme 10 cm³ připraveného 0,5 M roztoku H₂SO₄, baňku doplníme vodou po značku, uzátujeme a roztok v baňce promícháme.

Pipetou o objemu 20 cm³ (pipetu nejdříve zředěným roztokem propláchneme) odměříme do tří titračních baněk po 20 cm³ připraveného zředěného roztoku 0,5 M H₂SO₄. Do každé baňky přidáme 3 kapky roztoku fenolftaleinu a roztoky v baňkách ztitrujeme do červenofialového zbarvení 0,1 M roztokem NaOH. Z průměrné hodnoty spotřeby 0,1 M roztoku NaOH ze tří stanovení ($\bar{\sigma}$) a ze zjištěné hustoty (bod c) vypočítáme přesnou koncentraci H₂SO₄ v analyzovaném roztoku H₂SO₄ v mol.l⁻¹ a v procentech.

c) Stanovení hustoty přibližně 0,5 M roztoku H₂SO₄ hustoměrem

Před měřením hustoměr opláchneme vodou a otřeme suchým hadříkem. Skleněný válec vypláchneme měřenou kapalinou (přibl. 0,5 M H₂SO₄), potom ho měřenou kapalinou naplníme a pomalu do ní ponoříme hustoměr. Jestliže se hustoměr v kapalině vznáší, odečteme po ustálení jeho polohy hustotu kapaliny na stupnici (hustota odpovídá dílku stupnice, který leží ve stejné úrovni jako hladina měřené kapaliny). Všechny naměřené a vypočítané hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky:

Spotřeba 0,1 M NaOH [cm ³]					Koncentrace přibližně 0,5 M H ₂ SO ₄				
s ₁	s ₂	s ₃	$\bar{\sigma}$	f	w ₁ %	c ₁ mol dm ⁻³	w ₂ %	c ₂ mol dm ⁻³	ρ g cm ⁻³

f = faktor 0,1 M roztoku NaOH

w₁ = procentuální koncentrace analyzovaného roztoku přibližně 0,5 M roztoku H₂SO₄, vypočítaná na základě alkalimetrické titrace

c₁ = molarita analyzovaného roztoku vypočítaná na základě alkalimetrické titrace

w₂ = procentuální koncentrace analyzovaného roztoku zjištěná z tabulek interpolací na základě

změřené hustoty
 c_2 = molarita analyzovaného roztoku zjištěná z tabulek interpolací na základě změřené hustoty
 ρ = hustota analyzovaného roztoku zjištěná areometrem

Úloha č. 4 Stanovení atomové relativní hmotnosti hořčíku a hliníku

Úvod

Jednoduchá metoda stanovení molární hmotnosti některých kovů je založena chemické reakci, při které se uvolní při rozpouštění známého množství kovu v roztoku kyseliny nebo hydroxidu stechiometrické množství vodíku. Z hmotnosti rozpuštěného kovu a z hmotnosti uvolněného vodíku lze molární hmotnost rozpuštěného kovu vypočítat ze vztahu:

$$m_{Me} \cdot m_{H_2} = x M_{mMe} \cdot y M_{mH_2}$$

(m_{Me} = hmotnost rozpouštěného kovu, m_{H_2} = hmotnost uvolněného vodíku, M_{mMe} = molární hmotnost kovu, M_{mH_2} = molární hmotnost vodíku, x, y = koeficienty v chemické rovnici, podle níž reaguje kov s kyselinou nebo hydroxidem).

Hmotnost uvolněného vodíku vypočítáme ze stavové rovnice: $p_{H_2} \cdot V = \frac{m_{H_2}}{M_{mH_2}} \cdot RT$

(p_{H_2} je tlak uvolněného vodíku, V je objem uvolněného vodíku, $R = 8,3143 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$, T je absolutní teplota).

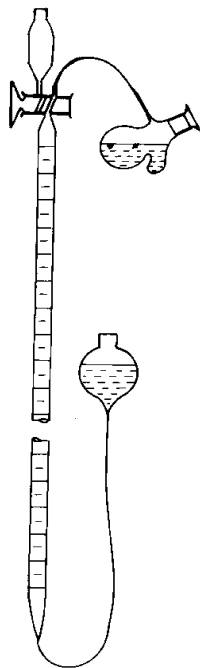
Úkol

1. napište chemické rovnice rozpouštění hořčíku v kyselině chlorovodíkové, hliníku v roztoku hydroxidu a vypočítejte navážky jednotlivých kovů pro vznik požadovaného množství vodíku
2. proveďte reakci mezi Mg a H_2SO_4 , resp. Al a NaOH, a změřte množství při reakci uvolněného vodíku
3. výpočtem stanovte molární hmotnosti kovů
4. výsledky výpočtu porovnejte s teoretickými hodnotami

Pracovní postup

Na analytických vahách zvážíme váženku a do ní pak navážíme takové množství Mg (Al), aby po jeho rozpouštění v H_2SO_4 (NaOH) vzniklo asi 35 cm^3 vodíku (měřeno při teplotě $0 \text{ }^\circ\text{C}$ a tlaku $101,325 \text{ kPa}$). Navážený kov pak kvantitativně vsypeme do "boční kapsy" vyvíjecí baňky - je výhodnější navážít 1 - 2 kousky kovu než mnoho drobných kousíčků. Do baňky, kterou uchytíme na stojan, nalijeme pomocí nálevky 10 cm^3 5 % roztoku H_2SO_4 (pro stanovení M_{mMg}) nebo 10 cm^3 30 % roztoku NaOH (pro stanovení M_{mAl}).

Roztok kyseliny (hydroxidu) nalijeme do baňky tak, aby nepřišel do styku s kovem.



Vyvíjecí baňku spojíme hadičkou s nitrometrem, ve kterém budeme měřit objem vzniklého vodíku. (Nitrometr je zařízení sloužící k měření malých objemů uvolněných plynů, název nitrometr vznikl při jeho používání pro stanovení obsahu dusíku ve sloučeninách). Otočením dvoucestného kohoutu propojíme vyvíjecí baňku s nitrometrem a pak teprve vyvíjecí baňku uzátkujeme. Nyní otočíme dvoucestným kohoutem tak, aby trubice nitrometru byla spojena s pojistnou baňkou, která je umístěna nad kohoutem. Zvednutím hrušky s uzavírací kapalinou nastavíme meniskus této kapaliny v nitrometru na nultý dílek. Otočením kohoutu spojíme s nitrometrem opět vyvíjecí baňku, hrušku s uzavírací kapalinou snížíme až na úroveň dolní části nitrometru. Poznamenejme si polohu menisku uzavírací kapaliny v trubici nitrometru, vyčkáme asi 1 minutu a pak zkontrolujeme, zda-li se výška kapaliny v nitrometru nesnížila (znamenalo by to, že aparatura je netěsná a netěsnost bychom museli odstranit). Nakloněním vyvíjecí baňky přelijem roztok H_2SO_4 (NaOH) na Mg (Al) umístěný v "kapse baňky". Po rozpouštění kovu vyčkáme asi 1 minutu, posunutím hrušky vyrovnáme hladiny uzavírací kapaliny v hrušce a v trubici nitrometru a pak s přesností na $0,01 \text{ cm}^3$ odečteme polohu menisku uzavírací kapaliny. Objem vytlačené uzavírací

kapaliny se rovná objemu uvolněného vodíku měřenému při podmínkách měření. Současně odečteme na teploměru, který zavěsíme na nitrometr, teplotu a na barometru atmosférický tlak.

Vyhodnocení

- Tlak vodíku, který dosadíme do stavové rovnice pro výpočet m_{H_2} , je roven atmosférickému tlaku zmenšenému o tenzi vodní páry (uzavírací kapalinou je voda) při dané teplotě (viz příložená tabulka)

Závislost tenze vodní páry na teplotě

t °C	17	18	19	20	21	22	23	24	25
p(H ₂ O), kPa	1,93	2,07	2,20	2,33	2,49	2,64	2,81	2,99	3,17

- Popsaným způsobem stanovíme 3 x M_{mMg} a 3 x M_{mAl} .

Navážky kovů, naměřené hodnoty objemu vodíku (V), teploty (T), atmosférického tlaku (p), vypočítané hodnoty tlaku vodíku (p_{H_2}), hmotnosti vzniklého vodíku (m_{H_2}) a molární hmotnosti obou kovů ($M_{mMe(exp.)}$) uvedeme v protokolu do tabulky. V tabulce uvedeme také teoretické hodnoty molárních hmotností Mg a Al ($M_{mMe(teor.)}$), absolutní ($\Delta_{abs.}$) a relativní ($\Delta_{rel.}$) chyby měření.

$$\Delta_{abs.} = M_{mMe(exp.)} - M_{mMe(teor.)} \quad \Delta_{rel.} = \frac{\Delta_{abs.}}{\varnothing M_{mMe(exp.)}} \cdot 100 (\%)$$

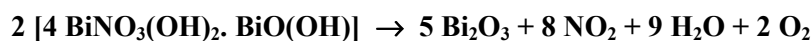
Tabulka naměřených a vypočítaných hodnot (uved'te do protokolu, doplňte jednotky do hlavičky):

Navážka (g)	V (cm ³)	p (kPa)	T (K)	p_{H_2O} (kPa)	p_{H_2} (kPa)	m_{H_2} (g)	$M_{mMe(exp.)}$	$M_{mMe(teor.)}$	D_{abs}	$D_{rel.}$
Mg										
Al										

Úloha č. 5

Příprava Bi_2O_3 a kovového bismutu redukcí vodíkem a št'avelanem

Oxid bismutitý získáme snadno termickým rozkladem např. uhličitanu nebo dusičnanu bismutitého, příp. zásaditého dusičnanu bismutitého:



Pracovní postup

Po porcelánového kelímku navážíme 1,50 g bazického dusičnanu bismutitého a kelímek nejprve mírně, a pak intenzivně zahříváme za občasného promíchání obsahu železnou tyčinkou (ne špachtlí!) plamenem plynového kahanu. Po 20 minutách zahřívání přerušíme, kelímek necháme vychladnout.

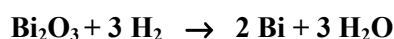
Vlastnosti: Bi_2O_3 je světle žlutý krystalický prášek, jehož barva se zahříváním prohlubuje na žlutočervenou. Při teplotě červeného žáru taje na červenohnědou kapalinu, která silně napadá porcelán kelímku.

Poznámka: Veškerý připravený Bi_2O_3 použijeme na přípravu kovového Bi.

Bismut, Bi

Kovový bismut připravíme z oxidu bismutitého dvěma způsoby:

a) **redukcí vodíkem** při 350 – 400 °C podle rovnice:



b) **redukcí št'avelanem sodným**

a) Pracovní postup redukce vodíkem

Vodík z ocelové tlakové láhve odebíraný přes redukční ventil vedeme do trubice z těžkotavitelného skla Simax, ve které bude probíhat vlastní redukce. Na druhém konci je trubice uzavřena zábrusem s olivkou na kterou je připojena hadička s trubičkou pro odvod vodíku.

Do předem zvážené keramické lodičky navážíme 1,0 g připraveného Bi_2O_3 , lodičku zasuneme do žíhací trubice a drátem zatlačíme do jejího středu. Trubicu uzavřeme zábrusem, který zajistíme gumičkami proti vypadnutí. Zapneme ventilátory digestoře a otevřeme kohout tlakové láhve s vodíkem.

Pozor! V digestoři nesmí hořet žádný otevřený oheň!

Po 2 minutách naplníme vodíkem unikajícím z koncové trubičky zkumavku obrácenou dnem vzhůru, kterou dobře uzavřeme palcem a vodík ve zkumavce v bezpečné vzdálenosti (na pracovním stole) od aparatury zapálíme. Jestliže plyn ve zkumavce shoří s hlasitým štěknutím, je v aparatuře ještě vzduch. Po dalších 2 minutách tuto zkoušku čistoty odcházejícího vodíku opakujeme.

Pozor! Další práci provádíme jen s ochranným štítem a aparaturu odstíníme drátěnou sítí!

Shoří-li tentokrát vodík ve zkumavce namodralým plamenem bez "štěknutí", můžete na **pokyn vedoucího cvičení** vodík odcházející z koncové trubičky zapálit. Zapálíme kahan a svítivým plamenem začneme vyhřívat trubicu v místech, kde je lodička s Bi_2O_3 . Kahanem musíme pohybovat, aby nedošlo k prasknutí žíhací trubice a aby byla lodička ohřívána rovnoměrně. Počátek redukce se projeví černáním Bi_2O_3 a srážením vodní páry na chladných stěnách trubice. Ohřev lodičky provádíme tak dlouho, dokud se vyredukovaný Bi neztaví do drobných kuliček (asi 30 minut). Lehkým poklepem prstem na trubicu se drobné kuličky Bi slijí do větších. Když je zřejmé, že byl zredukován veškerý Bi_2O_3 kahan zhasíme a celou trubicu necháme **za neustálého průchodu vodíku** úplně vychladnout. Po kontrole vedoucím cvičení je možné plamének hořícího vodíku zhasnout a uzavřít ventil tlakové láhve. Aparaturu otevřeme, drátem s háčkem

vytáhneme lodičku a kuličky Bi vysypeme do malé kádinky, kde je propereme vodou. Po vysušení mezi filtračními papíry Bi zvážíme, vypočítáme výtěžek a pyknometricky stanovíme jeho hustotu. Lodičku vyčistíme v horké lučavce a reakční trubici naplníme na 30 minut 10 % roztokem HF.

Pyknometrické stanovení hustoty (vážit na analytických vahách!)

Nejdříve zvážíme **suché** pyknometry i se zátkami (každý zvlášť!) - **hmotnosti A**. Do zvážených pyknometrů vhodíme po 10 - 15 kuličkách Bi (asi 0,3 – 0,5 g) a opět zvážíme - **hmotnosti B**. Nyní pyknometry s Bi naplníme vodou až po hrdla a rázně je uzavřeme zátkami. Kapilárami v zátkách přitom vystříkne přebytečná voda. Pyknometry **pečlivě** osušíme filtračním papírem, přičemž je bereme do rukou co nejméně a odsajeme i kapičku vody u ústí kapilár zátek. Osušené pyknometry zvážíme - **hmotnosti C**. Pyknometry vyprázdníme a opět naplníme vodou, uzavřeme, osušíme a zvážíme - **hmotnosti D**. Z těchto 4 hmotností vypočteme hustotu následovně:

$B - A = H_{Bi}$	navážka Bi
$D - A = V_{py}$	objem pyknometru ($d_{voda} = 1,000 \text{ g cm}^{-3}$)
$C - A = H_{Bi+voda}$	hmotnost Bi + H je hmotnost Bi a vody o objemu V_{py}
$H_{Bi+voda} - H_{Bi} = V_{voda}$	objem H_2O ve směsi Bi + voda ($d_{voda} = 1,000 \text{ g cm}^{-3}$)
$V_{py} - V_{voda} = V_{Bi}$	objem Bi ($d_{voda} = 1,000 \text{ g cm}^{-3}$)
$\frac{H_{Bi}}{V_{Bi}} = d_{Bi}$	hustota Bi

Po skončeném měření pyknometry vyprázdníme, vypláchneme ethanolem a dáme sušit do sušárny.

Poznámka: Takto stanovená hustota je pouze přibližná, při přesném stanovení hustoty je třeba, abychom pracovali při definované teplotě (obvykle 20 °C). Proto se naplněné pyknometry před vážením musí temperovat v termostatu a teplota místnosti i vah musí být blízká požadované teplotě.

b) Pracovní postup redukce šťavelanem

V třetí misce dokonale rozetřeme zbylé množství Bi_2O_3 s dvojnásobným množstvím $Na_2C_2O_4$. Reakční směs nasypeme do křemenné zkumavky a zahříváme v digestoři plamenem plynového kahanu do červeného žáru. Po skončení redukce necháme zkumavku vychladnout, produkt rozpustíme ve vodě a vzniklý černý práškový bismut odfiltrujeme papírovým filtrem, promyjeme vodou a ethanolem, vysušíme v sušárně a zvážíme.

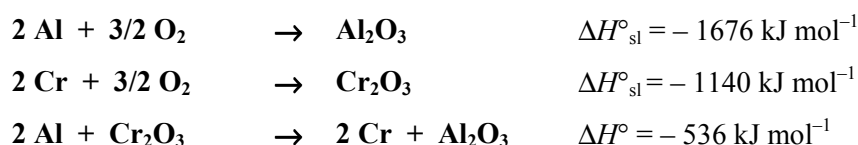
Vlastnosti:

Bismut je lesklý kov s nádechem do červena, t.t. 271,3 °C, hustoty $9,8 \text{ g cm}^{-3}$ při 20 °C.

Na vzduchu se povléká vrstvičkou oxidu a ztrácí lesk. V silných kyselinách se rozpouští na bismutité soli, s louhy však nereaguje.

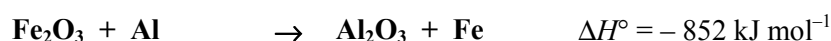
Úloha č. 6: Aluminotermická příprava železa z Fe_2O_3

Hodnota slučovací enthalpie oxidu hlinitého, jež je vysoká v porovnání s oxidy většiny ostatních kovů, vede k silně exotermickému průběhu redukce těchto oxidů kovovým hliníkem. Tuto skutečnost dobře dokumentuje např. tepelná bilance reakce mezi Al a Cr_2O_3 :



Homogenizované směsi práškových nebo jemně zrnitých oxidů přechodných kovů a hliníku proto mají po zažehnutí schopnost ustáleného hoření a pro velké množství uvolňovaného tepla se nazývají termity. Reakce mezi oxidy a hliníkem pak souhrnně označujeme jako aluminotermické reakce. Na přelomu 19. a 20. století dokonce vznikla aluminotermie jako samostatné odvětví metalurgie, zabývající se využitím aluminotermických reakcí k výrobě technicky důležitých přechodných kovů, zejména Cr, Mn, V, Co a tzv. ferrotitanu. V průběhu doby byla sice většina těchto výrob nahrazena jinými technologiemi, chrom a vanad se však aluminotermicky zčásti získávají dodnes.

Ještě exotermičtější, než uvedená reakce Cr_2O_3 s Al, probíhají reakce mezi hliníkem a oxidy železa, Fe_2O_3 či Fe_3O_4 , při nichž teplota dosahuje až 2400°C .



Z 1 kg termitu vznikne, vedle žhavé strusky, přibližně 0.5 kg poměrně čistého, roztaveného železa. To umožnilo využívat náložek termitu $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Al}$ ke svařování kolejnic a různých ocelových konstrukcí. Další použití našel termit složený z Fe_3O_4 a Al ve vojenství, kde již od dob 1. světové války slouží jako náplň zápalných leteckých bomb a dělostřeleckých granátů. Většinou se však nevyužívá čistého termitu, nýbrž pyrotechnických složí, které obsahují ještě doplňkové okysličovadlo, např. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, a další přísady zvyšující zápalný účinek.

Vysoké spalné teplo hliníku zajišťuje při aluminotermických reakcích enormní vzrůst teploty reakčních splodin, protože při hoření termitů se zpravidla netvoří plyny, které by vzniklé teplo unášely mimo reakční zonu. Teplota proto obvykle dosahuje 2100 až 2500°C , při níž je vyredukovaný kov tekutý a jako těžší se usazuje na dně reakční nádoby. Současně vznikající Al_2O_3 (t.t. = 2045°C) se rovněž roztaví a vytvoří nad kovem ochrannou strusku. Pro zvýšení tekutosti strusky se někdy přidává CaF_2 (t.t. = 1418°C), který současně může zmírnit průběh aluminotermické reakce. Rychlost reakce lze ovlivnit rovněž zrnitostí použitého hliníku i oxidu. Při velikosti zrn 1-2 mm hoří termit pomaleji, než jsou-li obě složky práškovité. Hruběji zrnitý termit lze ovšem jen obtížně zapálit a obvykle je k tomu třeba využít pyrotechnických složí s vysokým obsahem Al nebo Mg.

Na tepelný efekt a tím i prudkost aluminotermické reakce má pochopitelně vliv i obsah kyslíku v použitém oxidu. Proto termit $\text{Mn}_3\text{O}_4/\text{Al}$ produkuje při hoření méně tepla a hoří pomaleji, než termit MnO_2/Al . Je ovšem třeba vzít v úvahu, že aluminotermická redukce vyšších oxidů manganu vždy probíhá poměrně bouřlivě, protože kovový Mn má velmi nízkou hodnotu t.v. = 2060°C i molárního skupenského tepla vypařování $\Delta H_{\text{vyp}} = 221 \pm 8 \text{ kJ mol}^{-1}$, což vede k destilaci žhavých par manganu ven z reakční zony. Přitom dochází k jejich zpětné oxidaci vzdušným kyslíkem a hoření těchto termitů je proto doprovázeno tvorbou plamene. Pro srovnání: u železa nacházíme t.v. = 2750°C , $\Delta H_{\text{vyp}} = 340 \pm 13 \text{ kJ mol}^{-1}$, a proto je hoření slisovaných železito-hlinitých termitů v podstatě bezplamenné.

V následující úloze si budeme demonstrovat efektní průběh hoření $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Al}$ termitu a vznik roztaveného železa při této reakci. Železo se však průmyslově vyrábí jiným způsobem, a proto aluminotermie pochopitelně nemá z hlediska výroby či přípravy železa žádný význam.

Pracovní postup:

Aluminotermickou reakci budeme provádět v šamotovém kelímku s otvorem ve dně, kterým vyredukované a roztavené železo vyteče do podstaveného dalšího kelímku. Aby bylo možné získaný regulus železa snadno vyjmout, pokryjeme dno kelímku 1-2 cm vrstvou oxidu hořečnatého, jehož teplota tání je 2832 °C a při styku se železem se proto neroztaví.

Ke zhotovení kelímku použijeme 140 g práškového šamotu, který v plastové misce rozmícháme na hustou kaši s cca 40 cm³ vody, v níž rozpustíme 2-3 cm³ vodního skla. Připravenou šamotovou hmotou pak přibližně ze 3/4 zaplníme železný kelímek, jehož stěny jsme předtím potřeli tekutým voskem. Pomocí dřevěné raznice s povoskovaným povrchem poté v železném kelímku vyformujeme šamotový kelímek s cca 10 mm silným dnem. Po vyjmutí raznice jej ponecháme volně sušit na vzduchu do příštího praktika. Je-li potřeba zhotovit kelímek s otvorem ve dně, vyřízneme jej ještě ve vlhké šamotové hmotě korkovrtem o průměru 7 mm.

V železném kelímku za stálého promíchávání ocelovou tyčinkou krátce přežeháme 14,00 g Fe₂O₃, který po vychladnutí rozetřeme v porcelánové misce. Jemně rozemletý Fe₂O₃ na listu papíru pomocí špachtle promísíme s 6,40 g práškového hliníku a tuto směs pak po částech dále homogenizujeme v třecí misce¹⁾.

Na dno šamotového kelímku s otvorem položíme 2 kolečka z filtračního papíru, na ně nasypeme 5 g CaF₂ a připravený termit. Obsah kelímku upěchujeme pomocí malé kádinky a do středu zasuneme vánoční prskavku, z níž předem odštípeme holý drát. Poblíž odtahového otvoru digestoře pak umístíme plechovou misku s pískem, na který položíme šamotový kelímek bez otvoru ve dně. Do kelímku vsypeme 5 g práškového MgO, v němž vyhloubíme důlek, a ve výšce 2 - 3 cm nad tímto kelímekem uchytíme do žíhacího kruhu kelímek s termitem. Na pokyn vedoucího praktika zapálíme prskavku plamenem kahanu a odstoupíme do bezpečné vzdálenosti. Po vyhoření termitu necháme železo, které vyteklo do kelímku s MgO, zchladnout a po očištění od strusky jej zvážíme. Od vzniklé strusky železo snadno odlišíme pomocí magnetu.

Poznámky:

¹⁾ Směsi práškového Al, Mg a dalších elektropozitivních kovů se silnými oksylichovadly, jako jsou peroxidy, dusičnany, chlorečnany či chloristany, jsou většinou velmi citlivé k mechanickým podnětům, které mohou iniciovat vznícení nebo dokonce explozi směsi. Proto je po smíšení obou složek **nikdy nesmíme dále roztírat!** Dvousložkové termity s hliníkem však jsou v tomto ohledu zpravidla inertní a pouze slože s některými oxidy těžkých kovů, např. s CuO, PbO₂ nebo Pb₃O₄, by mohly být nebezpečné.

²⁾ Nulovou kyslíkovou bilanci vykazují termity nebo jiné pyrotechnické slože jejichž složení přesně odpovídá stechiometrické rovnici vystihující průběh jejich hoření. Při záporné kyslíkové bilanci je ve složi přebytek hořlaviny oproti oksylichovadlu. Takové složení je účelné jen tehdy, jestliže charakter hoření umožňuje spálení tohoto přebytku vzdušným kyslíkem.

Úloha č. 7

Měření pH dotykovou elektrodou – papír, kůže, textil,

Měření pH ponornou elektrodou – 0,5M NaOH, 0,15M HCl

Úvod

pH (anglicky *potential of hydrogen* tj. „potenciál vodíku“), též **vodíkový exponent** je číslo, kterým v chemii vyjadřujeme, zda vodný roztok reaguje kyselé či naopak zásaditě (zásaditě). Jedná se o logaritmickou stupnici s rozsahem hodnot od 0 do 14 (pro H₂O, jiné než vodné roztoky mohou nabývat jiných hodnot); přitom neutrální voda má pH rovno 7. U kyselin je pH menší než sedm, naopak zásady mají pH > 7, Hodnota pH je definována jako záporně vzaty dekadický logaritmus aktivity oxoniových iontů. Ve zředěných vodných roztocích lze hodnotu aktivity aproximovat hodnotou koncentrace a pak platí:

$$pH = -\log(c(H_3O^+))$$

Obecně platí rovnice:

$$pH = -\log(a(H_3O^+)) \quad a - \text{aktivitu iontu } (H_3O^+).$$

Ve vodném roztoku je vždy kromě molekul H₂O také určité množství oxoniových kationtů H₃O⁺ a hydroxylových aniontů OH⁻. Součin koncentrací obou těchto iontů je ve vodných roztocích vždy konstantní, je označován jako iontový součin vody a nabývá hodnoty 10⁻¹⁴.



V čisté vodě je látková koncentrace obou iontů stejná: 10⁻⁷. To odpovídá pH = 7. Kyselost vzniká přebytkem H₃O⁺. Zvýšení jejich koncentrace na stonásobek, tedy 10⁻⁵, odpovídá pH = 5. Zásaditost je přebytek hydroxylových iontů na úkor oxoniových. Je-li v roztoku např. 1000× více OH⁻ než ve vodě, klesne koncentrace iontů H₃O⁺ na 10⁻¹⁰, což odpovídá pH = 10.

Pro přesná měření hodnot pH vodných roztoků se v současné době používá prakticky výlučně potenciometrie s využitím skleněné elektrody jako měrného členu. Podstatou uvedené metody je velmi přesné měření elektrického potenciálu mezi měrnou (skleněnou) a referentní elektrodou. Jako referentní elektrody lze v tomto případě využít prakticky každé elektrody II. druhu, tedy elektrody, jejíž potenciál zůstává konstantní při změně prostředí, v němž je ponořena. Nejčastěji se zde uplatňuje kalomelová nebo argentchloridová srovnávací elektroda.

Kyselost měřeného roztoku určuje elektrický potenciál měrné skleněné elektrody. Základní část skleněné elektrody tvoří tenkostěnná miniaturní baňka ze speciálního skla. Vnitřní objem baňky je naplněn pufrům, tedy roztokem o konstantním pH. Vnější povrch baňky je ve styku s měřeným roztokem a rovnováha mezi hydroxoniovými ionty ve zkoumaném roztoku a ionty v povrchu skla způsobují změnu elektrického potenciálu elektrody.

Elektrický potenciál mezi měrnou a referentní elektrodou je měřen citlivým voltmetrem, který musí vykazovat vysoký vstupní odpor (minimální požadavek je 10¹⁴ Ω, kvalitní přístroje mají parametry o řád až dva lepší). Komerčně dodávané přístroje - pH-metry současně převádějí měřené napětí mezi elektrodami přímo na hodnotu pH, kterou zobrazují digitálně na displeji.

Teoreticky platí, že změna pH o jeden řád (např. z pH 6 na pH 7) vyvolá změnu potenciálu skleněné elektrody o 59 mV. V praxi je však potenciálový rozdíl individuálně měřen pro konkrétní elektrodu pomocí roztoků o přesně definovaném pH, tzv. pufrů. Naměřený potenciálový rozdíl (např. pufru o pH = 4 a pH = 7) pak slouží ke kalibraci elektrody a zpřesnění výsledných údajů.

Úkol:

- 1) Určete pH roztoku 0,5M NaOH, 0,15M HCl pomocí ponorné elektrody
- 2) Určete pH přesložených materiálů pomocí dotykové elektrody

Postup:

Nalijte postupně do kádinky 20 cm³ 0,5M roztoku NaOH a 0,15M roztoku HCl a změřte jejich pH ponornou elektrodou.

Při měření pH dotykovou elektrodou nejprve stříčkou navlhčete měřený materiál, chvíli vyčkejte, poté přiložte do držáku upevněnou elektrodu, vyčkejte než se hodnota ustálí a hodnotu si запиšte.

	0,5 M NaOH	0,15 M HCl	papír	kůže	textil
pH					

Úloha č. 8

Základy práce s DSLR a pořizování fotodokumentace

1) Seznámení s digitální zrcadlovkou (DSLR)

S pomocí manuálů se seznámte s aparáty používanými při výuce oboru ChKR – Nikon D90 a Pentax K20D – zejména s rozmístěním ovládacích prvků na tělech fotoaparátů.

Jedná se o digitální jednooké zrcadlovky s výměnnými objektivy. Pro potřeby pořizování fotodokumentace jsou k dispozici makroobjektivy Nikon AF-S 60 mm f2,8 a Pentax D-FA 100 mm f2,8. Makroobjektivy se od „klasických“ objektivů liší především tím, že nabízejí poměr zobrazení 1:1 (někdy i větší) a jsou optimalizovány pro ostření na blízké vzdálenosti, kde také podávají výborný optický výkon. Makroobjektivy však lze samozřejmě používat i pro běžné focení. Data jsou ukládána na paměťové karty typu Secure Digital (SD).



Pentax K20 D s objektivem 100 mm f2,8.

Obr.
1



Obr. 2 Nikon D90 s objektivem 60 mm f2,8.

Pro správné snímání snímků (fotografování) je klíčové nastavit správné expoziční hodnoty – čas, clonu a citlivost – a správně zaostřit.

Expoziční režimy

Fotoaparáty jsou vybaveny tzv. expozičními režimy, s jejich pomocí se nastavují expoziční hodnoty, zejména čas a clona. Základními expozičními režimy jsou:

AUTO – (zelené značení, u K20D zelený proužek) – plná automatika – fotoaparát nastavuje sám všechny expoziční hodnoty a další parametry (např. použití blesku, aktivní ostřicí body).

P – *programová automatika* – fotoaparát nastavuje pouze hodnoty času a clony s tím, že je možné libovolnou jednu z těchto hodnot změnit příslušným otočným voličem (rollerem) a aparát opět dopočítá druhou z těchto hodnot.

Uživatel nastavuje citlivost (nastavení konkrétní hodnoty nebo automatického rozsahu), použití blesku a výběr ostřicích bodů (režim zaostřovacích bodů).

S (Nikon)/*Tv* (Pentax) – *priorita času/závěrky* – uživatel nastavuje požadovanou hodnotu expozičního času (času závěrky) – příslušným rollerem - a automatika aparátu dopočítává clonu pro získání optimální expozice. Vše ostatní nastavuje sám uživatel.

A (Nikon)/*Av* (Pentax) – *priorita clony* – uživatel nastavuje požadovanou clonu – příslušným rollerem - a automatika dopočítává hodnotu času pro správnou expozici. Vše ostatní nastavuje sám uživatel.

M – manuální nastavení – uživatel nastavuje veškeré hodnoty včetně času a clony. Tento program je nutné používat při práci se studiovými blesky a jejich výkon přizpůsobit zvoleným expozičním hodnotám. Při ostatních režimech nastavuje automatika expoziční hodnoty podle aktuálních světelných podmínek, toto automatické měření nelze tedy použít u studiových blesků, protože studiové blesky (na rozdíl od vestavěných nebo přídavných systémových blesků) osvětlí scénu pouze při expozici snímku a měřící automatika je tedy „nevidí“ a nemůže jejich příspěvek zohlednit.

Nastavení:

Nikon/Pentax – otočný kruhový volič vlevo nahoře na tělech fotoaparátů.

Další nastavení

Snímací režimy – volí se snímací režimy pro záznam fotografií. Většinou jsou, mimo jiných, dostupné tyto režimy:

S – single – po stisknutí spouště se exponuje jediný snímek

C – continuous – sekvenční snímání, po dobu držení spouště jsou stále exponovány snímky. Často lze nastavit rychlost snímání (počet snímků za sekundu).

Self-timer - samospoušť – snímek je exponován po stanovené době od zmáčknutí spouště (lze nastavit prodlevu). Vhodné nastavení pro snímání, kdy chceme omezit roztřesení aparátu (a tím i neostrost způsobenou pohybem aparátu při stisku spouště), velmi vhodné zejména při snímání ze stativu a při makrofotografii.

Nastavení:

Nikon - současné zmáčknutí tlačítka se symbolem tří políček vpravo vedle displeje + otáčení zadním rollerem.

Pentax - tlačítko Fn a následný výběr v zobrazeném menu nahoře.

Nastavení citlivosti – zvýšením citlivosti zvýšíte odezvu snímače na světlo a lze tedy správně exponovat i za nízké hladiny osvětlení (při zvoleném času a cloně), nevýhodou vyšší citlivosti je rostoucí hladina šumu ve výsledných snímcích, proto je lepší vždy držet citlivost na co nejnižší úrovni, jakou podmínky dovolí.

Nastavení:

Nikon - pomocí tlačítka ISO (podržet) a otáčením zadního rolleru.

Pentax - tlačítko Fn a následný výběr v menu vpravo.

Měření expozice – volí se jednotlivé způsoby měření osvětlení pomocí nichž automatika nastavuje expoziční hodnoty, resp. čas a clonu. Zpravidla jsou k dispozici tři volby:

Matrix – maticové (symbol „plného“ obdélníku) - rovnoměrné měření v celé ploše záběru

Center weighted - integrální se zdůrazněným středem (symbol tečky ohraničený kruhem okolo) – do úvahu se počítá celý záběr, ale střed záběru má při výpočtu větší váhu.

Spot – bodové (symbol tečky)– měření v jenom bodě (zpravidla místo aktivního zaostřovacího bodu)

Nastavení:

Nikon – současně tlačítko vlevo od spouště (symbol „mřížky“) + zadní roller.

Pentax – páčka pod hlavním voličem expozičních režimů (vlevo nahoře).

Režim autofokusu – standardně jsou nabízeny tři režimy s tím, že tuto volbu lze nechat na automatiku, která dle situace zvolí režim single (AF-S) nebo continuous (AF-C):

Single – jednorázové zaostření (AF-S) – při zaostření se aretuje zaostřená vzdálenost, která se nemění (pokud není znovu zaostřeno). Pro statické předměty nebo osoby (bez rychlých pohybů).

Continuous – kontinuální (AF-C) - zaostřená vzdálenost se plynule mění, tak jak se mění vzdálenost zaostřovaného předmětu vzhledem k aparátu. Vhodné pro pohybující se předměty nebo osoby.

Manual – ruční (M nebo MF) – zaostření se provádí ručně přes hledáček nebo displej (režim Live view). Při tomto režimu zaostřování je nutné dát pozor na správné přepnutí režimu na aparátu nebo na objektivu. Moderní objektivy vybavené ultrazvukovými zaostřovacími motorky (u různých výrobců značeno např. SWM, USM, PZD, HSM, apod.) umožňují kdykoliv manuálně zasáhnout do ostření i v režimu automatiky, u objektivů s konvenčním motorkem je bezpodmínečně nutné při ručním zásahu do ostření přepnout na manuální režim, jinak hrozí zničení ostřicího motorku v objektivu (nutno zjistit v manuálu k objektivu).

Pozn. Objektiv Nikon 60 mm/f2,8 umožňuje v režimu M/A (přepínač na pravé straně objektivu) manuální zásah do ostření kdykoliv bez nutnosti dalšího přepínání do manuálního režimu ostření na aparátu nebo na objektivu. V případě objektivu Pentax D-FA 100 mm/f2,8 je NEZBYTNÉ před manuálním zásahem do ostření přepnout přepínač na aparátu do polohy MF (na levé straně vpředu vedle bajonetu), jinak může dojít ke zničení ostřicího mechanismu objektivu.

Při správném zaostření podle aktivního zaostřovacího bodu se při namáčknutí spouště do poloviny (zaostření) ozve pípnutí a v hledáčku je signalizováno rozsvícením kolečka (Nikon) nebo šestihranu (Pentax). Při režimu AF-C je zaostření zpravidla signalizováno pouze graficky v hledáčku.

Nastavení:

Nikon - režimy se přepínají současným stiskem tlačítka AF vpravo od horního displeje a otáčením zadního rolleru, případně páčkou vlevo vedle objektivu – pro režim auto/manual.

Pentax - páčka vlevo od objektivu pro všechny tři režimy (Pentax).

Režim zaostřovacích polí - zpravidla jsou k dispozici režimy umožňující ruční výběr aktivního zaostřovacího bodu, automatická volba skupiny zaostřovacích bodů a nastavení skupiny bodů pro kontinuální zaostřování (pro režim AF-C) nebo pouze pro středový bod (Pentax).

Pro správné zaostření, zejména při makrofotografii nebo pokud je důležité zaostření na konkrétní část snímku, je nutné vybírat aktivní zaostřovací bod ručně pomocí čtyřcestných voličů na zadní straně aparátu (Nikon i Pentax) – aktivní zaostřovací bod se při výběru a následně i při zaostřování rozsvítí červeně (v hledáčku).

Nastavení:

Pentax - volba režimu se děje kruhovým prstencem okolo čtyřcestného voliče vzadu – jsou k dispozici volby: AUTO (automatický výběr), SEL (ručně vybraný bod) nebo CENTER (používá se pouze středový bod).

Nikon - je nutné nastavit v menu aparátu: tlačítko MENU/záložka CUSTOM SETTINGS MENU/záložka a – AUTOFOCUS/a1 – AF-area mode. Pro ruční výběr zaostřovacího bodu zvolte: Single point, Dynamic area (příp. 3D-tracking pro režim AF-C), pro automatickou volbu zvolte AUTO-AREA.

Kvalita snímků – lze zvolit formu (typ datového souboru) ukládání obrazových dat: formát RAW nebo JPG a velikost rozlišení snímku (image size). U formátu JPG lze volit stupeň komprese (nízká - fine, střední – normal, velká – basic). Se zvyšující se kompresí klesá velikost souboru, ale snižuje se kvalita fotografií. Doporučené nastavení je: nejvyšší velikost (L) a nejmenší JPG komprese (FINE), pokud se očekávají větší zásahy do fotografií v počítači pomocí grafického editoru

(Photoshop, Zoner, Lightroom apod.) je vhodné ukládat ve formátu RAW (případně RAW a JPG současně).

Nastavení:

Nikon - současné zmáčknutí tlačítka QUAL na zadní straně + zadní roller (kvalita a formát snímku), velikost se nastavuje v MENU/SHOOTING MENU/Image size.

Pentax – MENU/ZAZNAM a příslušná volba (záznamové pixely JPEG, JPEG kvalita, Formát souboru příp. Soubor formátu RAW).

Vyvážení bílé (WB – white balance) – umožňuje správné nastavení podání barev v různých typech osvětlení (denní světlo, žárovkové, blesk, zataženo... apod.), čímž se docílí věrohodného podání barev. Většinou si automatika aparátů poradí s vyvážením bílé dobře, takže ve většině případů postačuje volba AUTO. Problémem může být kombinace více druhů osvětlení. Při práci se studiovými blesky je vhodné nastavit WB ručně na blesk. V režimu živého náhledu je možné sledovat vliv vyvážení bílé na snímek ještě před jeho expozicí, při použití hledáčku je výsledek vidět až na výsledné fotografii.

Pozn. Při snímání do formátu RAW je možné výsledné vyvážení bílé nastavit až při zpracování fotografie v editoru, což je velmi výhodné, protože můžete zkusit různé varianty a výsledek jemně doladit dle potřeby, což při focení často není čas.

Nastavení:

Nikon – současně tlačítko WB (vzadu vlevo vedle LCD displeje) + zadní roller.

Pentax – tlačítko Fn a následně v zobrazeném menu vlevo.

Použití hledáčku a režimu Live view

Pro sledování snímané scény můžete použít optický hledáček nebo režim „živého náhledu“, kdy je scéna zobrazena na LCD displeji fotoaparátu. V obou nastavením máte zpravidla možnost v hledáčku nebo na displeji sledovat i nejdůležitější expoziční hodnoty a signalizaci správného zaostření. Při použití hledáčku je obraz z objektivu zrcadlem odražen přes hranol do hledáčku a na snímací senzor nedopadá žádné světlo. V režimu Live view je toto zrcadlo zvednuté a světlo dopadá přímo na senzor (jako při expozici snímku) a obraz tak lze vidět ihned přímo na displeji.

Režim živého náhledu je vhodné použít při snímání ze stativu, kdy můžete na velkém displeji „živě“ vidět scénu, tak jak bude vypadat na snímku, můžete opravit kompozici nebo např. srovnat linie předmětu s měřítkem apod. V tomto režimu také máte možnost okamžitě vidět vliv vyvážení bílé na výsledný snímek.

Nevýhodou tohoto režimu je zejména ostření, protože při režimu Live view je použit jiný typ ostření než při použití hledáčku. Ostření přes displej (detekce kontrastu) je především pomalejší a nemusí být zcela přesné. Je proto vhodné po zkomponování snímku a jeho kontrole na velkém displeji přepnout zpět zobrazení scény do hledáčku a přes hledáček zvolit nejvhodnější zaostřovací bod, zaostřit a následně exponovat.

Nastavení:

Nikon – pro zapnutí/vypnutí použijte tlačítko Lv na zadní straně vpravo od displeje.

Pentax - pro zapnutí/vypnutí použijte páčku pro zapnutí/vypnutí přístroje – zapnutí potažením páčky do třetí polohy (označeno „přerušovaným kroužkem“).

Režim prohlížení snímků

Po exponování snímků je snímek krátce zobrazen na displeji (dobu zobrazení lze nastavit). Pro opakované prohlížení snímků je nutné se přepnout do režimu prohlížení – tlačítko „šipka – PLAY“

– vzadu vedle displeje nahoře (Nikon) nebo dole (Pentax). Pro opuštění tohoto režimu, stiskněte kdykoliv znovu tlačítko pro přehrávání nebo namáčkněte spoušť do poloviny.

Při prohlížení snímků je vhodné zkontrolovat snímek jako celek – kompozici, expozici, zaostření. Pro lepší prohlížení a zejména kontrolu zaostření je možné snímek zvětšit tlačítky +/- (Nikon) nebo zadním rollerem (Pentax) – pohyb po zvětšeném snímku je pak pomocí čtyřcestného voliče na zadní straně přístroje.

Pro kontrolu správné expozice je vhodné zkontrolovat histogram snímku, zejména celkový, případně jednotlivé barevné kanály. Volitelně lze zapnout (doporučeno) i varování před „přepaly“ (Highlights) – přepálené místa na snímku varovně blikají (černě), Pentax zobrazuje i podobné varování před „podpálenými“ stíny (Shadows).

Dále jsou u snímku zaznamenány expoziční hodnoty a další parametry použité při snímání nebo ukládání souboru.

Mezi stránkami s jednotlivými údaji (snímek-histogramy-highlights-info) se přepínáme šipkami nahoru/dolů čtyřcestného voliče na zadní straně (Nikon) nebo tlačítkem INFO nad tlačítkem pro přehrávání (Pentax).

Pro smazání snímku použijte tlačítko se symbolem popelnice + příslušné potvrzovací tlačítko.

2) Základy expozice a zaostření

Pro správnou expozici je potřebné nastavit tři základní údaje – čas, clonu a citlivost. Jejich výsledná kombinace pak dává údaj o expozici, resp. o množství světla na scéně - tzv. EV hodnotu (expoziční hodnota – exposure value) – změna EV hodnoty o jedničku znamená nárůst nebo úbytek světla o jednu tolik (tedy dvojnásobek nebo polovina).

Je zřejmé, že pro jednu konkrétní hodnotu EV můžeme zvolit několik kombinací času, clony a citlivosti. Je však mylné se domnívat, že snímky pak vypadají vždy shodně – různé kombinace času a clony (citlivost v tomto ohledu nemá vliv) mají větší nebo menší vliv na vzhled (vyznění) snímku.

Při použití automatických a poloautomatických programů ke zvolenému parametru (čas nebo clona nebo obojí) automatika dopočítává chybějící expoziční údaj, tak aby byla nastavena správná expozice. Výslednou expozici lze většinou sledovat v hledáčku na tzv. „světelné váze“ – osa s hodnotami + 0 - , přičemž ukazatel ukazuje výslednou expozici při nastavených parametrech (i manuálního režimu) – je-li ukazatel na hodnotách + bude snímek oproti hodnotám, které by nastavila automatika, světlejší (více exponován), bude-li v hodnotách mínus, bude snímek exponován méně.

V případě, že se nám nevyhovují hodnoty nastavené automatikou (např. dochází k přepalům nebo je snímek přeexponován nebo podexponován) lze je korigovat tlačítkem *korekce expozice* (tlačítko se symbolem +/-) a výslednou expozici upravit o zvolenou hodnotu EV krokově po 1/3 nebo 1/2 EV hodnoty (nastavitelné v menu). Korekce expozice se ihned projeví na světelné váze, kdy se indikátor posune vlevo nebo vpravo.

Expoziční čas (čas závěrky) – krátké časy se nastavují tam, kde chceme zmrazit pohyb, příslušná hodnota záleží na situaci. Krátký čas nastavíme pokud chceme zastavit pohyb (sport, pohybující se lidé apod...), dlouhý čas nastavíme tehdy, když chceme např. rozostřit pohyb vody v potoce, pohyb mraků na nebi apod. nebo pokud snímáme statickou scénu ve slabém světle (ze stativu).

Chceme-li zamezit nechtěnému pohybovému rozostření vlivem chvění aparátu při expozici je nutné nastavit dostatečně krátký čas – pomůcka: tento čas je přibližně roven obrácené hodnotě použité ohniskové vzdálenosti objektivu po přepočtu na velikost kinofilmového políčka

(u obou používaným aparátů je tedy nutno použitou ohniskovou vzdálenost vynásobit číslem 1,5), tedy např. při použití objektivu s ohniskovou vzdáleností 60 mm, musíte v těchto případech použít čas $60 \cdot 1,5 = 90$, tedy 1/90, což je nejbližší kratší nastavitelný čas 1/100 s (aparáty umožňují nastavit časy 1/80 a 1/100 s, nutno v tomto případě zvolit nejbližší kratší čas).

Rozostření vlivem chvění fotoaparátu lze, kromě použití stativu, eliminovat použitím stabilizovaných objektivů (Nikon) nebo stabilizací snímáče (Pentax). U stabilizovaných objektivů Nikon (označení VR) se stabilizace zapíná na objektivu, v případě Pentaxu se stabilizace snímáče zapíná páčkou vpravo dole na zadní straně aparátu (označeno symbolem ruky). Při použití stativu je doporučeno stabilizaci (objektivu i snímáče) vypnout.

Dále je nutné vzít do úvahy rozostření vlivem pohybu fotografovaných osob nebo objektů. Čím je rychlejší pohyb, tím kratší čas závěrky se musí nastavit. U běžného pohybu lidí postačuje pro zastavení jejich pohybu čas cca 1/100 s nebo 1/125 s.

Clona – clona je kruhový otvor v objektivu, který určuje kolik světla jím během expozičního času projde. Čím je více zacloněno (tzn. čím je menší otvor a tím je větší clonové číslo), tím méně světla objektivem projde. Kromě toho, má však clona výrazný vliv především na to, co se na snímku bude jevit jako ostré tedy na tzv. hloubku ostrosti (depth of field - DOF). Je jedním z klíčových parametrů, které ji ovlivňují. Použitá clona má také výrazný vliv na kresbu (ostrost) objektivu, obecně platí, že největší ostrost mají objektivy zejména ve středních oblastech clonových čísel, u krajových hodnot clony se kresba objektivu většinou zhoršuje.

Při zaostření na určitou vzdálenost je vždy perfektně ostré jen to, co leží přesně v této rovině. Cokoliv, co v této rovině neleží, se stává více či méně neostré. Lidské oko však vždy vidí jako ostré i objekty, které neleží přímo v rovině zaostření, tedy i objekty ležící v určité vzdálenosti před a za rovinou zaostření – a právě toto rozmezí vzdáleností, kde se oku vše jeví jako ostré se nazývá pole *hloubky ostrosti* („hloubka ostrosti“, depth of field (DOF)).

Hloubka ostrosti závisí na několika klíčových parametrech, které můžeme vhodně měnit, abychom získali takový snímek, kde můžeme zdůraznit důležité nebo naopak. Parametry, které DOF ovlivňují jsou zejména:

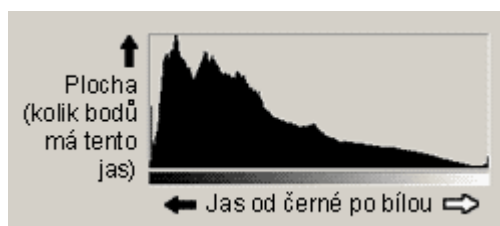
Clona – s nízkou clonou (nízkým clonovým číslem) se snižuje hloubka ostrosti

Ohnisko objektivu – s rostoucí ohniskovou vzdáleností klesá hloubka ostrosti

Vzdálenost roviny zaostření od aparátu – se zkracováním zaostřené vzdálenosti klesá hloubka ostrosti.

Například v makrofotografii (ostření na velmi krátkou vzdálenost) se může hloubka ostrosti pohybovat pouze v rozmezí několika milimetrů a proto je zde klíčové správné zaostření, se kterým si automatika často neporadí a je proto nutné ostřit ručně. Je také vhodné ihned správné zaostření kontrolovat na displeji aparátu nebo v počítači.

Pro kontrolu správné expozice používejte tzv. histogram – graf rozdělení jasů. V histogramu vidíme jednotlivé hodnoty jasů (osa x, hodnoty 0-255) a počet pixelů ve snímku s danou hodnotou jasu (osa y). Obsahuje-li snímek hodně světlých tónů, je průběh histogramu posunut na jeho pravou stranu, je-li hodně tmavý, pak je patrný posun doleva. Důležitá je kontrola přepalů, kterou můžete zkontrolovat u snímku v režimu prohlížení v záložce Highlights (viz. výše) nebo v histogramu – obsahuje-li snímek přepaly dotýká se průběh histogramu své pravé strany.



Obr. 3 Histogram (zdroj: www.fotoroman.cz)

Přepal je taková hodnota jasu, která přesahuje dynamický rozsah snímáče a v takovém místě snímku pak dochází k naprosté ztrátě kresby a vznikají souvislé („vypálené“) plochy bez kresby.

Přepaly samy o sobě nemusí být velkým problémem (zvláště v obtížných světelných podmínkách a často to bez nich prostě nejde, ale na druhé straně je lze několika způsoby eliminovat), ale nesmí k nim docházet v místě snímku, která je pro nás důležitá. Nejdůležitější je zamezit přepalům v jasovém (celkovém) histogramu, ale je žádoucí, aby k přepalům nedocházelo ani v jednotlivých kanálech (velmi často v červeném kanálu - R). Stejným způsobem, ale na druhé straně histogramu, vznikají tzv. „podpaly“ (Shadows nebo Lost shadows), kde dochází zase ke ztrátě kresby ve stínech resp. černé. Ztráta ve stínech však zdaleka není takovým problémem jako přepaly.

3) Osvětlení scény

Pro osvětlení scény můžete využít jak světlo přirozené, tak i umělé a to jako světlo, které je součástí prostředí a nemůžeme jej příliš ovlivnit (žárovky, zářivku), tak i umělé světlo, které máme pod kontrolou – vestavěný nebo systémový blesk, studiové záblesky nebo trvalá světla.

Častým problémem fotografie jsou nevzhledné stíny, které vznikají když hlavní zdroj světla vchází do záběru pouze z jednoho směru. Tyto stíny však lze vcelku snadno odstranit.

Jako první pomoc je vhodná orientace předmětu ke zdroji světla. Není-li toto možné, můžeme stíny zmírnit nebo odstranit použitím dodatečného zdroje světla nebo odraznou plochou (deskou).

Nejlevnější je použití odrazné plochy, která nám odráží světlo dopadající na scénu z jedné strany zase zpět a tím dochází k prosvětlení stínů. Kromě komerčně dostupných odrazných ploch (zpravidla lesklá folie natažená na vhodné kostře) můžeme snadno použít např. list bílého (nejlépe lesklého) papíru vhodné velikosti nebo alobal (samotný nebo nabalený na vhodném podkladu) nebo polystyrenovou desku.

Nákladnějším řešením je použití blesků nebo zábleskových zařízení. Použití vestavěného nebo systémového blesku (zasazuje se do patice na horní straně aparátu) je vcelku jednoduché. Vše funguje podobně jako nastavování expozičních hodnot automatickou aparátu. Pokud se nám výsledek nelíbí, můžeme nastavení výkonu blesku opravit tlačítkem *korekce zábleskové expozice* na aparátu nebo na nasazeném systémovém blesku (viz. návod) stejným způsobem jako v případě korekce expozice (viz. výše). Samozřejmě je také možné výkon blesků řídit ručně v režimu manuálního nastavení.

K prosvětlení stínů stejně tak jako hlavní zdroj světla v ateliéru můžeme použít záblesková zařízení (studiové blesky). Naše pracoviště je vybaveno zábleskovými zařízeními Fomei MiniFlash 100 (3 hlavice + 2 softboxy). Jedná se vlastně o výkonné blesky pracující na stejném principu jako blesk v aparátu, které se připojují do elektrické sítě. Jejich výkon se však musí nastavovat ručně a jejich synchronizace s expozicí snímku se může dít několika způsoby:



Obr. 4 Studiové záblesky Fomei MiniFlash 100 a fotografická lavice Fomei.

Synchronizačním kabelem – kabelem se přes konektory spojí hlava záblesku s fotoaparátem pomocí zdířky pro synchronokabel.

Bezdrátovou rádiovou spouští – komunikace se děje pomocí vysílače upevněného do patice pro systémový blesk na aparátu a přijímače připojeného k hlavě záblesku (do zdířky pro synchronokabel). Zábleskem vestavěného blesku aparátu (nebo nasazeného systémového blesku) – komunikace pomocí záblesku vydaného vestavěným nebo systémovým bleskem z aparátu, na který reaguje fotobuňka na hlavě záblesku. Řídicí blesk však musí být přepnut do ručního režimu - MANUAL!!!

Nastavení vhodného osvětlení scény je pak dáno představami nebo potřebami fotografa a tím, že rozložení světla ve scéně se mění nejen výkonem blesků/záblesků a použitým materiálem odrazné plochy (více nebo méně odrazný povrch), ale také jejich vzájemnou pozicí a velikostí. Velikost plochy vyzařující světlo v případě blesků se dále měnit pomocí různých adaptérů a dodatečného vybavení (reflektory, odrazné nebo průsvitné deštníky, softboxy apod.), s velikostí zářící plochy se následně mění i „charakter“ světla (měkké nebo tvrdé, směrové...).

4) Fotografická dokumentace

Při pořizování technické fotodokumentace je nutné mít na mysli, že se nejedná o kreativní fotografii, ale o snahu reálně, podrobně a minimalisticky dokumentovat stav předmětu, pokud možno v celé jeho ploše nebo objemu.

Jako základ volíme *celkové pohledy* na předmět ze všech jeho základních stran, u plochých předmětů, kde je třetí rozměr výrazně menší než ostatní dva, stačí pohled na jeho dvě základní strany, pokud je to ale možné, snažíme se předmět zdokumentovat ze všech stran. Následně je možné pořídit fotografie detailů nebo částí, které nás podrobně zajímají. U základních fotografií přikládáme vždy měřítko a barevnou škálu, která slouží jako referenční pomůcka pro věrnou reprodukci barevného podání. Měřítka nám pak dává představu o rozměrech předmětu na fotografii. Umístění počátku měřítka (škály) by vždy mělo být s vhodnou hranou (okrajem) předmětu (viz Obr. 5).



Obr. 5 Obrázek předmětu před konzervátorským zásahem (všimněte si umístění škály – měřítka)

Při fotografování celkových pohledů se snažíme maximálně ostře zachytit celý předmět, je tedy nutné volit dostatečnou hloubku ostrosti (vysoké clonové číslo). Při fotografiích detailů to již není nutné a často ani možné. Předmět musí být dobře a rovnoměrně nasvícen a neměly by na fotografiích vznikat rušivé stíny. Má-li předmět u sebe nějaký identifikační štítek (z depozitáře, muzea, nálezové číslo apod.) je důležité, aby byl zachycen i s touto identifikací.

Je nutné dbát také na volbu vhodného *pozadí*, které nebude rušit ústřední motiv. Jako vhodné pozadí můžeme použít fotografickou lavici Fomei, která je vhodná i pro focení velkých objemnějších „3 D předmětů“, ale většinou postačuje např. dostatečně velký papír nebo textilie apod.. Barva pozadí by neměla být výrazná nebo rušivá (nejlépe bílá, černá nebo šedá) a neměla by obsahovat rušivé textury nebo vzory.

Úkoly

- 1) Seznamte se s ovládáním digitálních zrcadlovek Nikon D90 a Pentax K20D – zejména s expozičními režimy, režimem prohlížení a kontrolou snímků (histogramy, zaostření). Exponujte několik snímků s různým nastavením fotoaparátu.
- 2) Na vhodném místě rozložte do různých vzdáleností od aparátu několik předmětů a sledujte, jak se mění vzhled snímku při zaostření na různé předměty (vzdálenosti), ověřte vliv clony na hloubku ostrosti.
- 3) Vyberte si vhodný drobný předmět a pořídte několik fotografií při měřítku zobrazení co nejbližší hodnotě 1:1. Sledujte hloubku ostrosti v závislosti na zaostřené vzdálenosti a na zvolené cloně.
- 4) Proveďte řádnou technickou fotodokumentaci předloženého předmětu s použitím studiových záblesků včetně veškerých technických náležitostí (měřítko, škála, pozadí). Dbejte zejména na správnou expozici a zaostření.

Úloha č. 9

Měření elektrodoých potenciálů kovových elektrod 1.druhu, ověření platnosti Nernstovy rovnice

Ponoříme-li kovovou elektrodu do roztoku soli, která obsahuje kationty kovu, z něhož je elektroda zhotovena (např. Ag-elektroda ponořená do roztoku AgNO_3), ustaví se mezi elektrodou a roztokem potenciálový rozdíl. Pro potenciál elektrody platí Nernstova rovnice:

$$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}} = E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0 + 2,303 \frac{RT}{nF} \cdot \log a_{\text{Me}^{n+}} \quad (1)$$

$$a_{\text{Me}^{n+}} = c_{\text{Me}^{n+}} \cdot f \quad (2)$$

$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}$ = elektrodoý potenciál kovu Me, $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$ = standardní elektrodoý potenciál kovu Me

$a_{\text{Me}^{n+}}$ = aktivita kationtů Me^{n+}

R = univerzální plynová konstanta

F = Faradayův náboj

T = teplota v K

$c_{\text{Me}^{n+}}$ = koncentrace kationtů Me^{n+}

n = počet nábojů kationtu Me^{n+}

f = aktivitní koeficient

Ve velmi zředěných roztocích, v nichž se hodnota aktivitního koeficientu blíží 1,00, je možné do Nernstovy rovnice dosadit místo $a_{\text{Me}^{n+}}$ koncentraci $c_{\text{Me}^{n+}}$ vyjádřenou v mol l^{-1} :

$$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}} = E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0 + \frac{0,059}{n} \cdot \log c_{\text{Me}^{n+}} \quad (3)$$

Velikost elektrodového potenciálu daného kovu ani velikost oxidačně redukčního potenciálu nelze přímo měřit, lze je však porovnávat s potenciály jiných elektrod. Elektrodové potenciály při jednotkových aktivitách vlastních iontů, vztažené na standardní vodíkovou elektrodu, se nazývají standardní elektrodové potenciály. Redukčně oxidační potenciál příslušného redukčně oxidačního systému, v němž jsou aktivity redukované a oxidované formy stejné a který je vztažen na standardní vodíkovou elektrodu, se nazývá standardní redukčně oxidační potenciál.

Standardní vodíková elektroda je platinová elektroda, pokrytá platinovou černí, ponořená do roztoku o jednotkové aktivitě H^+ iontů a sycená vodíkem pod tlakem 0,1 MPa při 25 °C. její elektrodoý potenciál je 0V.

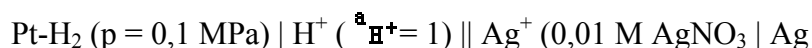
Cílem úlohy: porovnat elektrodové potenciály Ag, Cu, Pb a Zn v 0,01 M roztocích příslušných solí s potenciálem standardní vodíkové elektrody.

a) Měření elektrodoých potenciálů Ag, Cu, Pb a Zn:

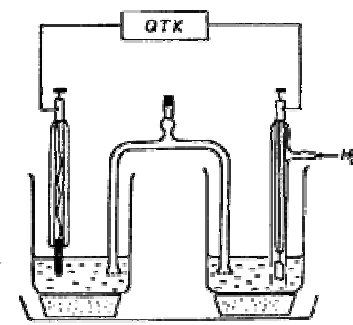
Pt-elektrodu, která bude součástí vodíkové elektrody, ponoříme na 1 minutu do asi 30 cm^3 horké lučavky královské. (Kádinku s lučavkou královskou zahříváme kahanem v digestoři. Umístíme ji blízko odtahu a stojan natočíme tak, aby z roztoku unikající plyny - NOCl, Cl_2 a oxidy dusíku nepřicházely do styku se stojanem, držákem a svorkou). Po

opláchnutí elektrody vodou ponoříme tuto elektrodu spolu s jinou Pt-elektrodou do roztoku $\text{H}_2[\text{PtCl}_6]$ a po připojení na záporný pól ploché baterie vyloučíme na elektrodě platinovou čerň. Po 5 minutách elektrody vyjmeme z roztoku $\text{H}_2[\text{PtCl}_6]$, opláchneme je destilovanou vodou a 1 minutu s nimi elektrolyzujeme 0,5 M roztok H_2SO_4 , přičemž po 30 sekundách změním polaritu elektrod. Touto elektrolyzou odstraníme z elektrod zbytky platinovací lázně. Poplatinovanou elektrodu ponoříme do 30 cm^3 roztoku HCl , v němž $a_{\text{H}^+} = 1$ a elektrodu sytíme mírným proudem vodíku (2 - 3 bublinky/sec) z tlakové láhve. Mezitím, než se vodíková elektroda vodíkem nasytí, naplníme solné můstky nasyceným roztokem KNO_3 (solný můstek ponoříme oběma konci do roztoku KNO_3 a pomocí vodní vývěvy nasajeme roztok do můstku, naplněný můstek uzavřeme hadičkou se zátkou).

Do kádinky o obsahu 50 cm^3 nalijeme 25 cm^3 0,01 M roztoku AgNO_3 a kádinku postavíme na korkovou podložku do fotomisky. Ag-elektrodu pečlivě očistíme jemným smirkovým papírem, opláchneme destilovanou vodou, oťžeme kouskem vaty a ponoříme do 0,01 M roztoku AgNO_3 v kádince. Kádinku s vodíkovou elektrodou postavíme na korkovou podložku vedle kádinky s Ag-elektrodou a roztoky v obou kádinkách spojíme pomocí solného můstku, který je označen "Ag-H₂". Po připojení elektrod na digitální voltmetr s vysokým vstupním odporem změříme EMS článku:



Tato EMS se rovná $E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}$ (viz rovnice 3).



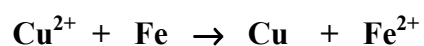
Obdobně postupujeme i při měření elektrodových potenciálů ostatních kovů. Pro spojení kádinky s vodíkovou elektrodou s roztoky solí, v nichž jsou ponořeny elektrody z příslušných kovů je nutné používat jen solných můstků s patřičným označením ("Cu-H₂", "Pb-H₂", "Zn-H₂") a do kádinky s vodíkovou elektrodou ponořovat konec můstku označený "H₂".

Výsledky měření i hodnoty $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}$, které vypočítáme z Nernstovy rovnice, zapíšeme do tabulky, kterou uvedeme v protokolu:

elektroda	$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$	$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}$ teor.	$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}$ exp.
Ag/Ag ⁺	0,799	0,681	
Cu/Cu ²⁺	0,337		
Pb/Pb ²⁺	-0,126		
Zn/Zn ²⁺	-0,763		

b) Bezproudová redukce mědi

je založena na rozdílu elektrochemických potenciálů mědi a železa:



Odmaštění železa

K redukci použijeme železné hřebíky, které je nejprve zapotřebí odmastit. Odmaštění provedeme nejprve teplou vodou s přídavkem jaru. Po vysušení dokončíme odmašťovací proces pomocí petroletheru.

Vlastní redukce

Do kádinky o objemu cca 150 ml nalijeme roztok modré skalice a do něj vložíme odmaštěný hřebík. Dochází k vylučování mědi.

Vyhodnocení

Najdeme v tabulkách hodnoty standardních elektrochemických potenciálů mědi a železa a vypočteme hnací sílu procesu (ve V).

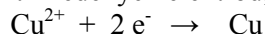
Úloha č. 10

Elektrochemické pokovení mosazné elektrody mědi, ověření platnosti Faradayova zákona

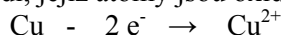
Úvod

Roztoky elektrolytů vedou elektrický proud v důsledku disociace na elektricky nabitě ionty. Na rozdíl od kovů (vodiče první třídy), však náboj není přenášen elektrony, nýbrž ionty pohybujícími se v elektrickém poli (vodiče druhé třídy). Zavádíme-li do roztoku elektrolytu pomocí kovových elektrod stejnosměrný proud, putují kladně nabitě kationty k opačně nabitě katodě, kde přijímají přiváděné elektrony a jsou redukovány. Anionty naopak putují ke kladně nabitě anodě, které odevzdávají svůj záporný náboj a jsou tedy oxidovány. Oba procesy jsou navzájem spřaženy, to znamená, že v obou je vyměněn stejný počet elektronů. V souhrnu se tedy jedná o redoxní děj, který v roztoku elektrolytu vyvolává odpovídající chemické změny. Látky, jež jsou za daných podmínek schopny existence, např. redukcí kationtů vzniklé kovy, se potom vylučují na elektrodě, kde přijaly elektrony. Druhou možností je, že elektrolyzou, zejména anodickou oxidací, vytvářené specíe reagují dále s materiálem elektrody, rozpouštědlem anebo navzájem mezi sebou.

Budeme-li tedy elektrolyzovat vodný roztok CuSO_4 okyselený kyselinou sírovou stejnosměrným proudem za použití měděných elektrod, na katodě bude probíhat redukční reakce



a na elektrodě se vyloučí povlak kovové mědi. Pochody probíhající na anodě závisejí hlavně na materiálu anody. Je-li anoda z mědi, nedochází za daných podmínek k oxidaci síranového aniontu, nýbrž kovové mědi, jejíž atomy jsou oxidovány na kationty měďnaté:



V důsledku toho se anoda postupně rozpouští a koncentrace CuSO_4 v elektrolytu se v průběhu elektrolyzy nemění. Uvedený proces elektrolyzy roztoku síranu měďnatého nalezl široké uplatnění v technice a využívá se při elektrochemické rafinaci surové mědi, galvanickém poměďování kovových předmětů a ke zhotovování kopií uměleckých a sbírkových předmětů pomocí galvanoplastiky.

Vedení elektrického proudu v elektrolytech a jeho souvislost s chemickými změnami probíhajícími na elektrodách studoval z kvantitativního hlediska M. Faraday, který v roce 1834 formuloval následující dva zákony elektrolyzy:

1) **Hmotnost prvku vyloučeného na katodě je přímo úměrná velikosti prošlého elektrického náboje.**

2) **Stejný elektrický náboj vyloučí chemicky ekvivalentní množství různých prvků.**

Oba zákony lze shrnout do jediného vztahu

$$m = \frac{A_r \cdot Q}{z \cdot F}$$

(1)

kde m značí teoretickou hmotnost prvku vyloučeného na katodě v /g/

A_r molární hmotnost prvku /g mol⁻¹/

Q elektrický náboj prošlý elektrolytem /C/

z počet směněných elektronů na 1 ion

F Faradayovu konstantu / $F = 96485 \text{ C mol}^{-1}$ /

Poněvadž náboj Q lze vyjádřit jako součin procházejícího proudu I v /A/ a doby průchodu proudu t v /s/, můžeme psát

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

(2)

Známe-li tedy hmotnost vyloučeného kovu m , velikost proudu I a dobu t , můžeme rovněž určit hodnotu jeho relativní atomové hmotnosti A_r :

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

(3)

V důsledku některých vedlejších procesů je efektivita elektrolýzy zpravidla snížena a množství látek přeměněných na elektrodách je nižší než by odpovídalo Faradayovým zákonům. Proto také skutečná hmotnost kovu m_{ex} vyloučeného na katodě je obvykle nižší než teoretická hmotnost m a pomocí vztahu

$$\eta = 100 \cdot \frac{m_{ex}}{m} \quad \text{/\%}/ \quad (4)$$

můžeme stanovit jeho katodový proudový výtěžek. Nižší proudový výtěžek je zpravidla důsledkem přeměny části elektrické energie na ohřev elektrolytu apod.

Úkol

1. proved'te elektrolýzu roztoku CuSO_4 a vážením zjistíte přírůstek hmotnosti katody (m_{ex})
2. vypočtete molární hmotnost mědi
3. vypočtete teoretický výtěžek mědi získané elektrolýzou (m) a určete její katodový proudový výtěžek.

Pracovní postup

- Elektrolyzér pro ověření platnosti Faradaya zákona se skládá ze skleněné vany, rámu pro zavěšení elektrod, dvou Cu-anod a katody zhotovené z perforovaného mosazného plechu (Ms). Elektrody jsou již odmaštěny a jejich povrch je naleptán v 6 M kyselině dusičné. Obě anody zůstávají trvale ponořeny do elektrolytu, který tvoří 5 % roztok síranu měďnatého okyseleného kyselinou sírovou na $\text{pH} = 1$.
- Před započítáním experimentu odpojíme Ms-katodu od závěsu z Cu-plechu, zvážíme ji na analytických vahách a pomocí šroubku a křídlové matice ji opět připevníme k závěsu. Katodu poté zavěšíme na střední část rámu a zajistíme ji šroubkem s křídlovou hlavou.
- Zkontrolujeme množství elektrolytu a v případě potřeby ho doplníme zásobním roztokem tak, aby deskové anody byly ponořeny přibližně 5 mm pod hladinou. Červeným kabelem poté propojíme závěsy anod se zdírkou + zdroje stejnosměrného proudu a žlutý kabel připojíme k závěsu katody, ale zatím ho nepřipojíme ke zdroji. Proudový zdroj HY-1803 D zapojíme do sítě, zapneme hlavní vypínač 7 a otáčením regulačního knoflíku 3 proti směru pohybu hodinových ručiček ho nastavíme do krajní polohy. Otáčením knoflíku 4 v opačném směru nastavíme výstupní napětí na 1,2 V, žlutý kabel připojíme do zdířky – a otáčením knoflíku 3 nastavíme proud v rozmezí 0,60 – 0,65 A. Stiskneme stopky a s přesností ± 5 s změříme dobu trvání elektrolýzy, kterou obvykle provádíme 30 minut. Hodnoty napětí a proudu průběžně zaznamenáváme v pětiminutových intervalech.
- Elektrolýzu ukončíme odpojením přívodních kabelů od zdroje proudu, z elektrolytu vyjmeme katodu se závěsem a důkladně ji opláchneme vodou a ethanolem. Poté oddělíme katodu od závěsu, opláchneme ji ponořením do čistého ethanolu a vysušíme v sušárně při 90 °C. Suchou katodu opět zvážíme a z rozdílu jejích hmotností určíme množství vyloučené mědi m_{ex} . Katodu i se závěsem poté uložíme do plastové krabice a elektrolyzér zakryjeme plastovým víkem.

Upozornění: **S katodou manipulujeme pouze v čistých pryžových rukavicích nebo pomocí pinzety a pečlivě chráníme její povrch před znečištěním!**

Vyhodnocení

- Ze stanovení přírůstku hmotnosti měděné elektrody (m_{ex}), doby elektrolýzy t a velikosti procházejícího proudu I vypočtete molární hmotnost mědi.
- S využitím I , t a tabelované $A_r(\text{Cu})$ vypočtete teoretický výtěžek mědi m a porovnáním se zjištěným m_{ex} určete katodový proudový výtěžek elektrolýzy.

Úloha č. 11

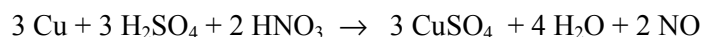
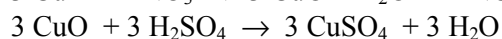
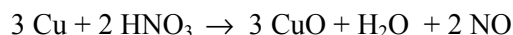
Příprava Modré skalice $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Úvod

Kovy se liší svou reaktivitou vůči ke kyselinám a lze je podle toho rozdělit do dvou skupin: na ušlechtilé a neušlechtilé. Příkladem neušlechtilého kovu je železo, které se snadno rozpouští ve zředěné H_2SO_4 za vývoje plynného vodíku. Naopak, měď reaguje se stejnou kyselinou pouze, je-li dostatečně koncentrovaná a až po zahřátí. Dochází přitom k redoxní reakci, při níž je část kyseliny redukována na oxid siřičitý. Při této reakci se vodík nevyvíjí.



Tak zvanou modrou skalici čili pentahydrát síranu měďnatého, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, můžeme však připravit výhodněji rozpouštěním mědi ve směsi kyseliny sírové a dusičné. HNO_3 zde slouží jako oxidační činidlo, ale vzniká sůl silnější kyseliny sírové:



Modrou skalici lze také připravit např. reakcí zředěné kyseliny sírové s černým oxidem měďnatým, příp. vytěšňovací reakcí z hydroxid-uhlíčitanu měďnatého reakcí s kyselinou sírovou ($\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$ získáme srážením rozpustné měďnaté soli, např. CuCl_2 , roztokem hydrogenuhličitanu sodného). Tuto metodu („přes uhlíčitan“) lze obecně použít k přípravě rozpustné soli, kdy se vychází z jiné rozpustné soli (např. chloridu, dusičnanu, octanu atd.), kterou nejprve převedeme na nerozpustný uhlíčitan a poté z něj vytěšňovací reakcí s příslušnou kyselinou připravíme požadovanou rozpustnou sůl.

Jak již bylo uvedeno, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ připravíme rozpouštěním mědi ve směsi kyseliny sírové a dusičné. Zvolený způsob přípravy modré skalice je proto výhodný, že požadovaný produkt se tvoří v kvantitativním výtěžku a neobsahuje žádné vedlejší produkty.

Pracovní postup

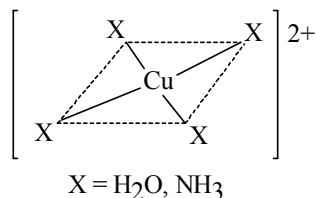
- 10,00 g na drobné plíšky nastříhané mědi nasypeme do baňky o objemu 250 cm^3 , přidáme vypočítané množství 30 % roztoku H_2SO_4 a vypočítané množství koncentrované, 65 % kyseliny dusičné, zvětšené o 50 %.
- Obsah baňky mírně zahříváme pod zpětným chladičem v digestoři. Pokud se Cu přestane rozpouštět, přidáme do reakční směsi další 1 cm^3 65 % HNO_3 .
- Když se takřka veškerá měď rozpustí, roztok zfiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka přes **skleněný filtrační papír**, případně dekantujeme, pokud roztok neobsahuje pevné částice. Pokud se z reakční směsi již vyloučil $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, je nutné ho před filtrací rozpustit přidáním potřebného množství vody.
- Filtrát zahustíme odpařením vody ke krystalizaci a poté ho ochladíme v ledové lázni na teplotu $2 - 5^\circ \text{C}$. Při chlazení mícháme roztok tyčinkou a podporujeme tak vylučování drobných krystalů $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- Vyloučené krystaly modré skalice odfiltrujeme na Büchnerově nálevce, důkladně z nich odsajeme matečný roztok a vysušíme je při laboratorní teplotě.

Vlastnosti

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [CAS 7758-99-8] tvoří průhledné modré krystaly, které na vzduchu zvolna větrají za vzniku trihydrátu. Zahříváním nad teplotu 100°C dochází k odštěpení 4 molekul vody, které koordinují Cu^{2+} v komplexním kationu $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$. Bezvodý CuSO_4 vzniká termickým rozkladem

monohydrátu při teplotách nad 250 °C. Zahříváním nad 655 °C se potom CuSO₄ rozkládá na CuO a SO₃. Ve vodě je modrá skalice dobře rozpustná.

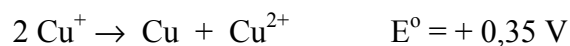
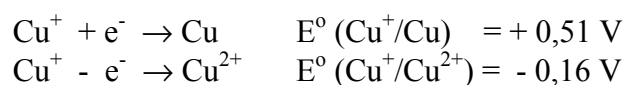
Struktura kationtu [Cu(H₂O)₄]²⁺
v CuSO₄·5H₂O a [Cu(NH₃)₄]²⁺ v [Cu(NH₃)₄]SO₄·H₂O



Komentář

Měď patří do skupiny *d*-prvků s elektronovou konfigurací 3d¹⁰4s¹, přičemž známé oxidační stavy jsou Cu(I), nejběžnější Cu(II) a také Cu(III). V nejvyšším oxidačním stavu Cu(III) je známo pouze několik sloučenin, např. KCuO₂, K₃CuF₆, M₅[Cu(IO₅OH)₂].

Měďné soli jsou stále pouze v pevném stavu a ve vodě jsou také většinou nerozpustné. Rozpustné a v roztoku stabilní jsou pouze některé komplexy, tvořené ligandy jako jsou CN⁻, SCN⁻ nebo S₂O₃²⁻. Hydratovaný ion Cu(I) je nestabilní a podléhá disproportionaci na Cu a Cu²⁺, což vyplývá ze standardních elektrodových potenciálů níže uvedených poloreakcí. Výsledný elektrodový potenciál systému je kladný (E° = + 0,35 V) a proto disproportionační reakce 2 Cu⁺ → Cu + Cu²⁺ probíhá samovolně.



Úloha č. 12

Stanovení chloridů iontově selektivní elektrodou (potenciometrie)

Úvod

Přímá potenciometrie je elektrochemická metoda, při níž měříme elektromotorické napětí článku (EMN) tvořeného měrnou (indikační) a referentní (srovnávací) elektrodou, přičemž potenciál měrné elektrody závisí na aktivitě, resp. koncentraci stanovovaného iontu a potenciál referentní elektrody je nezávislý na složení roztoku, má konstantní hodnotu. Metodicky se nejčastěji využívá metoda kalibrační závislosti, kdy se zjišťuje závislost elektromotorického napětí článku na koncentraci příslušného iontu. Měrný článek se tedy kalibruje standardními roztoky o známé koncentraci a měření se vyhodnocuje graficky, či výpočtem ze závislosti $EMN = f(cx)$, resp. $EMN = f(pX)$, (kde $pX = -\log cx$).

Chloridová elektroda patří do kategorie iontově-selektivních elektrod, která umožňuje jednoduché a pohodlné stanovení obsahu chloridů v roztoku. Elektroda poskytuje při měření odezvu kalibrovanou v milivoltech, kterou je zapotřebí překalibrovat na koncentraci chloridů.

Úkoly:

- 1) Připravte kalibrační roztoky NaCl, změřte jejich odezvu pomocí chloridové elektrody
- 2) Z naměřených hodnot sestavte kalibrační křivku
- 3) Změřte odezvu výluhu chloridů a s pomocí kalibrační křivky stanovte koncentraci chloridů v roztoku (zahušťován na 20 % původního objemu)
- 4) Srovnajte výsledky koncentrací s výsledky získanými konduktometricky a argentometricky

Postup:

V odměrné baňce o objemu 100 ml si připravíme si roztok 0,1 M NaCl a stanovíme odezvu chloridové elektrody.

Z tohoto roztoku si odebereme do dalších dvou odměrných baněk 5 a 10 ml a doplníme po značku a opět stanovíme odezvu chloridové elektrody.

Roztoky připravené v bodě 2 zředíme ještě 10x a stanovíme odezvu chloridové elektrody.

Sestavíme tabulku koncentrací chloridů a odpovídající odezvy chloridové elektrody. Na milimetrový papír sestrojíme graf závislosti $E(mV)=f(C_{NaCl})$.

20 cm³ přefiltrovaného výluhu chloridů změříme a pomocí kalibrační křivky určíme koncentraci chloridů ve výluhu.

Úloha č. 13

Stanovení koncentrace Cl konduktometricky a konduktometrickou titrací

Úvod

Elektrická vodivost G (jednotka $S = \text{siemens}$) je převrácenou hodnotou odporu R a je přímo úměrná, dle Ohmova zákona, proudu I , který protéká vodičem. Vedení proudu v roztocích umožňuje pohyb elektricky nabitých částic (iontů) rozpuštěných elektrolytů. Vodivost roztoku bude tak záviset na náboji a pohyblivosti iontů, počtu iontů a tedy koncentraci elektrolytu. Vodivost roztoku závisí na délce a průřezu vodiče, což jsou parametry určené geometrií vodivostní nádoby. Měrný článek v konduktometrii představují vodivostní elektrody či vodivostní nádoby, přičemž platinové elektrody o ploše 1 cm^2 a vzdálené 1 cm jsou zabudovány v otevřené trubici (ponorné elektrody), nebo přímo ve stěně nádoby. Měření se provádí ve vodivostní nádobce, v níž jsou elektrody umístěny v definované vzdálenosti a o definovaných plochách. Aby bylo možné srovnávat vodivosti různých roztoků, používá se v konduktometrii tzv. měrná vodivost κ , která odpovídá vodivosti elektrolytu měřené mezi elektrodami o jednotkové ploše a vzdálenými od sebe o jednotkovou vzdálenost. Měrná vodivost má rozměr $\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$, popř. $\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, jak vyplývá z rovnice:

$$\kappa = \frac{l}{A} \cdot G$$

l je vzdálenost elektrod,
 A plocha jedné z elektrod

U vodičů první třídy je měrná vodivost (konduktivita) konstantou charakterizující schopnost daného materiálu při určité teplotě a elektrickém napětí vést elektrický proud. U roztoku elektrolytu je závislá na koncentraci. Zavádí se proto veličina nazvaná molární měrná vodivost Λ_0 ($\text{S}\cdot\text{m}^2\cdot\text{mol}^{-1}$) vztahem:

$$\Lambda = \frac{\sigma}{c}$$

kde σ ($\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$) je měrná vodivost a c ($\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$) je koncentrace.

Při zředování roztoku se molární měrná vodivost mění, protože dochází ke změnám v disociaci a v interakci mezi ionty a molekulami rozpouštědla. U silných elektrolytů, které jsou zcela disociovány (tzn., že koncentrace disociovaných molekul, c_{disoc} je stejná jako analytická koncentrace c původních nedisociovaných molekul), molární měrná vodivost klesá s rostoucí koncentrací a závislost

$$\Lambda = \Lambda\sqrt{c}$$

je téměř lineární. Pro dostatečně zředěné roztoky ji lze vyjádřit empirickým vztahem:

$$\Lambda = \Lambda_0 - \textit{konst} \cdot \sqrt{c}$$

U slabých elektrolytů je koncentrace iontu dána stupněm disociace $\alpha = \frac{c_{\text{disoc}}}{c}$, který se ředěním

zvětšuje. Proto molární měrná vodivost výrazně vzrůstá s klesající koncentrací a předchozí závislost není splněna. Konstantou charakterizující schopnost daného elektrolytu přenášet elektrický proud je až limitní hodnota molární měrné vodivosti Λ_0 při nulové koncentraci:

$$\Lambda = \lim_{c \rightarrow 0} \Lambda$$

U velmi zředěných roztoků ($c \leq 10^{-3} \text{ M}$) je měření ovlivněno vodivostí samotného rozpouštědla, vody, a proto je nutné od vypočtených hodnot měrné vodivosti roztoku měrnou vodivost vody odečíst:

$$\rho_{\text{korig}} = \rho - \rho_{\text{H}_2\text{O}}$$

Dalším faktorem ovlivňujícím měrnou vodivost elektrolytu je teplota. Hodnota teplotního koeficientu u silných roztoků je

$$\frac{1}{\Lambda} = \left(\frac{d\Lambda}{dT} \right)_{c=\textit{konst.}} = 0,02 \text{ K}^{-1}$$

Konduktometrie je analytická metoda, která využívá ke zjišťování koncentrací elektrickou vodivost roztoků. V mnoha případech je vhodné ji použít i ke zjišťování bodů ekvivalence při titracích.

MĚŘENÍ VODIVOSTI ELEKTROLYTU

Úkoly:

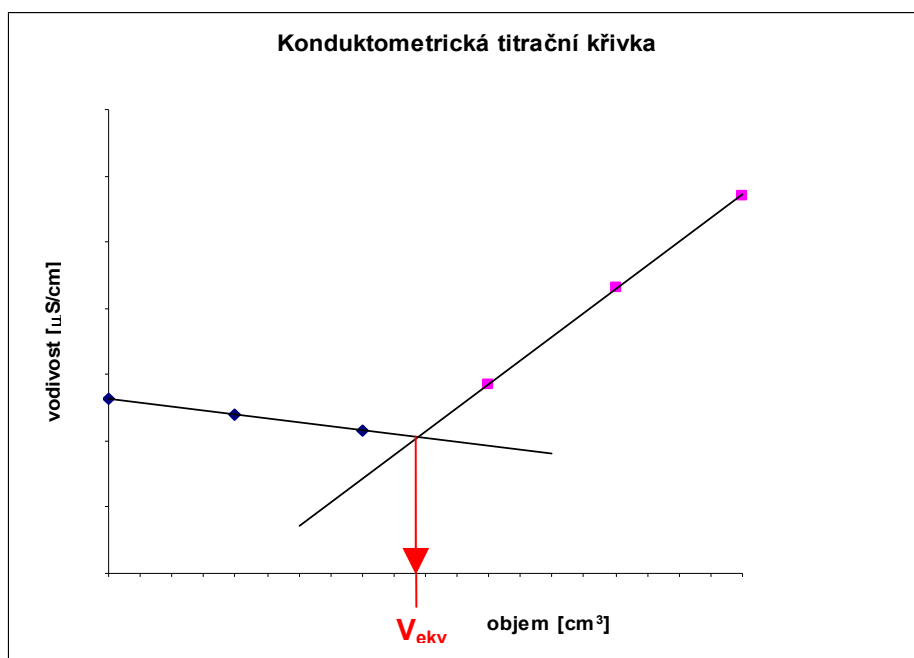
1. Změřte závislost molární měrné vodivosti NaCl na jeho koncentraci v rozmezí 0,1M až 0,0001M.
2. Sestavte kalibrační křivku (závislost vodivosti na koncentraci roztoků NaCl) $\rho = f(c)$
3. Stanovte měrnou vodivost výluhu chloridů a z něj následně určete koncentraci Cl^- , roztok byl pro měření zahuštěn na 20 % původního objemu.
4. Srovnajte výsledky koncentrací s výsledky získanými potenciometricky a argentometricky

Postup:

Pro sestavení kalibrační křivky si připravte 6 roztoků následujícím způsobem: ze dvou zásobních roztoků NaCl o koncentracích 0,1 M a 1 M pipetujte do šesti 100 cm³ odměrných baněk postupně 1, 5 a 10 cm³ z každého zásobního roztoku, baňky doplňte po rysku a roztoky řádně promíchejte. Do suchých 50 cm³ kádinek nalijte přiměřené množství kapaliny a změřte vodivost. Vypočítejte koncentrace v jednotlivých odměrných baňkách a spolu se získanými hodnotami vodivosti použijte pro sestavení kalibračního grafu. Z roztoku výluhu chloridů odlijte do suché kádinky, změřte vodivost a pomocí kalibračního grafu vypočítejte koncentraci Cl^- v roztoku. Ten byl zahuštěn na 20 % svého původního objemu.

KONDUKTOMETRICKÁ TITRACE

Při konduktometrických titracích sledujeme závislost elektrické vodivosti elektrolytu na objemu titračního činidla a vyhodnocujeme konduktometrickou titrační křivku. Tuto metodu je vhodné použít v případech, kdy se mění celkový počet iontů v roztoku, popř. se zaměňují ionty s různou pohyblivostí, což má za následek změnu vodivosti.



Konduktometrická titrační křivka má charakteristický tvar V. Proložení obou ramen přímkami získáme průsečík, z něhož po spuštění kolmice na osu x zjistíme objem titračního činidla v bodě ekvivalence.

Konduktometrická titrační křivka

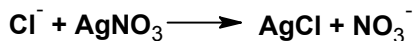
Úkoly:

1. Proveďte konduktometrickou titraci výluhu chloridů dusičnanem stříbrným
2. Sestavte křivku konduktometrické titrace, určete z ní bod ekvivalence

3. Vypočtete koncentraci chloridů ve výluhu

Postup:

Ze zásobní láhve odeberte 50 ml roztoku výluhu chloridů a přefiltrujte. Do kádinky (100 ml) napipetujte 10 ml přefiltrovaného roztoku a přidejte 40 ml destilované vody a magnetické míchadlo. Kádinku umístěte na magnetickou míchačku, zapněte ji a roztok nechte pořádně promíchat. Na stojan uchyťte elektrodu připojenou ke konduktometru, ponořte do kádinky a změřte vodivost samotného výluhu. Do stojanu nad kádinku upevněte propláchnutou a roztokem 0,1M dusičnanu stříbrného naplněnou byretu. Poté přidávejte postupně 1 ml AgNO₃, po každém přidavku změřte vodivost. Celkový objem přidaného AgNO₃ je 10 ml. Proveďte třikrát.



Objem AgNO ₃ [cm ³]	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Vodivost [μS/cm] I											
II											
III											

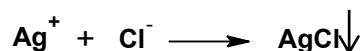
Sestavte a na jeden milimetrový papír vyneste konduktometrické titrační křivky pro všechna tři měření. Pro vytvoření grafu použijte hodnoty vodivosti při přidaném objemu AgNO₃, který je v tabulce uveden tučným písmem. Z grafu odečtete objemy přidaného AgNO₃ v ekvivalentních bodech jednotlivých titrací, zjistěte průměrnou spotřebu a vypočítejte koncentraci chloridů v roztoku, který byl zahuštěn na 20 % svého původního objemu.

Úloha č. 14

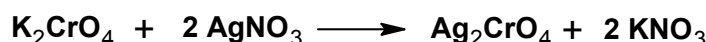
Argentometrické stanovení chloridů podle Mohra

Úvod

Argentometrie, neboli argentometrická titrace je metoda odměrné analýzy založená na srážení nerozpustné stříbrné soli:



Samotná titrace probíhá takto: po překročení součinu rozpustnosti AgCl (který je velmi malý, $K_s = 1,78 \cdot 10^{-10}$), dochází v roztoku k vytvoření sraženiny AgCl. Po spotřebování veškerých chloridových iontů na tvorbu AgCl reaguje další přídavek AgNO₃ s indikátorem (K₂CrO₄) za vzniku hnědočervené sraženiny Ag₂CrO₄. Změna barvy indikuje bod ekvivalence.



Úkoly:

- 1) Stanovte faktor roztoku AgNO₃
- 2) Stanovte titrací na K₂CrO₄ koncentraci chloridů ve výluhu
- 3) Srovnajte výsledky koncentraci chloridů s výsledky získanými konduktometricky a potenciometricky

A. Příprava odměrného roztoku AgNO₃ o přibližné koncentraci 0,1 M a stanovení přesné koncentrace

Protože AgNO₃ nelze z hlediska analytického považovat za chemicky dostatečně čistou a stabilní látku, je třeba pro argentometrické stanovení provést standardizaci roztoku na NaCl (stanovit faktor roztoku). Chybu koncentrace zásobního roztoku (danou vlastnostmi AgNO₃ a vlastním postupem přípravy roztoku) je nutné eliminovat, aby se neprojevila v přesnosti titračního stanovení. V praxi se to řeší udáním tzv. faktoru roztoku. Faktor roztoku je bezrozměrné číslo, které udává, kolikrát je skutečná koncentrace roztoku vyšší/nížší než koncentrace přibližná.

$$f = c_{(\text{skutečná})} / c_{(\text{deklarovaná})}$$

Příprava 0,05M roztoku NaCl

Na analytických vahách navažte potřebné množství NaCl na přípravu 100 cm³ 0,05M roztoku. Sůl kvantitativně spláchněte do 100 cm³ odměrné baňky, rozpustěte a doplňte destilovanou vodou po rysku.

Stanovení faktoru roztoku AgNO₃

Do titrační baňky napipetujte 20 cm³ roztoku 0,05M NaCl, přidejte 3-5 kapek K₂CrO₄ a titrujte přibližně 0,1M roztokem AgNO₃ do bodu ekvivalence, který se projeví oranžovým až červenohnědým zbarvením. Spotřebu odměrného roztoku odečítejte s přesností na 0,01 cm³. Proveďte třikrát.

Do protokolu uveďte:

- rovnici srážecí reakce
- pomocí přesné hodnoty navážky vypočítanou přesnou koncentraci roztoku NaCl
- vypočítanou přesnou koncentraci AgNO₃
- faktor roztoku AgNO₃

Navážka NaCl (g)	Přesná koncentrace NaCl (mol/dm ³)	s ₁ (cm ³)	s ₂ (cm ³)	s ₃ (cm ³)	Průměrná spotřeba (cm ³)	Faktor 0,1M AgNO ₃

B. Titrace chloridového výluhu přibližně 0,1M roztokem AgNO₃

Ze zásobní láhve odeberte 80 cm³ výluhu z kovových předmětů, přefiltrujte na skládaném filtru pevné částice. Napipetujte do tří titračních baněk po 20 cm³ čirého roztoku, přidejte 2-3 kapky 5% chromanu draselného. Pod titrační baňku položte bílou podložku, aby byly barevné změny lépe pozorovatelné. Titrujte roztokem přibližně 0,1M roztoku AgNO₃, jehož faktor jste stanovili v předchozím kroku.

Pro snažší a přesnější stanovení byl desalinační roztok zahuštěn na 20% původního objemu.

Do protokolu uveďte:

- z průměrné spotřeby vypočítanou koncentraci NaCl v původním nezahuštěném desalinačním roztoku
- množství chloridů v miligramech vyloučených do takto koncentrovaného roztoku

Úloha č. 15

Destilace směsi aceton + toluen na jednoduché destilační aparatuře

Úvod

V této úloze si ověříme, jaká je možnost oddělování čistých složek ze směsi dvou kapalin pomocí destilace na jednoduché destilační aparatuře. Refraktometricky zjistíme složení několika frakcí destilátu (tedy zkondenzované směsi par acetonu a toluenu), což nám spolu se zjištěnými teplotami varu destilované směsi umožní sestavit závislost teploty kondenzace směsné páry na jejím složení (křivka označovaná v izobarickém fázovém diagramu "g"). Hodnoty pro zakreslení závislosti teploty varu směsné kapalně fáze na jejím složení (křivka označovaná v izobarickém fázovém diagramu "l") lze odečíst z přiložené tabulky. Z naměřených hodnot sestojíme závislost teploty par odcházejících do chladiče na oddestilovaném objemu kapaliny, což je tzv. destilační křivka.

Izobarický fázový diagram a destilační křivka nám pomohou pochopit průběh destilace na jednoduché destilační aparatuře. I když níže popsany způsob zjišťování teploty kondenzace směsné páry na jejím složení není zcela exaktní, byl zvolen proto, že je časově málo náročný a velmi názorně demonstruje průběh destilace na jednoduché destilační aparatuře. Při pečlivém dodržení pracovního postupu lze získat hodnoty pro sestavení křivky "g", které velmi dobře souhlasí s hodnotami uvedenými v literatuře.

Úkol

1. sestavte kalibrační graf pro refraktometrická měření obsahu acetonu ve směsi aceton + toluen
2. na jednoduché destilační aparatuře destilujte směs aceton-toluen, jímejte jednotlivé frakce
3. refraktometricky stanovte složení jednotlivých frakcí
4. nakreslete izobarický fázový diagram soustavy aceton-toluen a destilační křivku pro tutéž soustavu

Pracovní postup

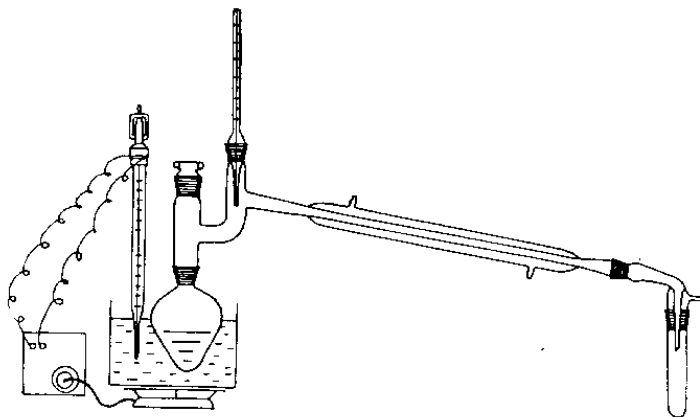
- **Stanovení kalibračního grafu směsi aceton-toluen pro refraktometrická stanovení**

Do šesti **suchých** a očíslovaných zkumavek namícháme roztoky acetonu a toluenu, každý o objemu 5 cm³, jejich koncentrace připravíme 0, 20, 40, 60, 80 a 100 obj. % acetonu. Aceton i toluen odměřujeme pomocí dělených pipet (nenasávat do pipet ústy, použít injekční stříkačku!), zkumavky **rychle** uzavřeme zátkami (aceton je velmi těkavý) a převrácením uzátkovaných zkumavek roztoky **promícháme**. Index lomu kapalin (n_D^{20}) změříme pomocí Abbeho refraktometru a výsledky zapíšeme do následující tabulky:

č.	toluen (cm ³)	aceton (cm ³)	obj. % acetonu	n_D^{20}
1	5,0	0		
2	4,0	1,0		
3	3,0	2,0		
4	2,0	3,0		
5	1,0	4,0		
6	0	5,0		

- **Destilace směsi aceton + toluen na jednoduché destilační aparatuře**

Sestavíme destilační aparaturu a jako předlohy použijeme zkumavek, na kterých je vyznačen objem 4 cm³. Do suché varné baňky dáme varný kamínek a nalijeme směs 25 cm³ acetonu + 35 cm³ toluenu.



Baňku připojíme k chladiči, do chladiče pustíme vodu a varnou baňku ponoříme do olejové lázně. Lázeň zahříváme vaříčem a její teplotu regulujeme kontaktním teploměrem Vertex. Teplota lázně na začátku destilace musí být 90 – 95 °C (teplotu lázně je nutné zvyšovat postupně asi po 10 °C, neboť jinak dojde k přehřátí lázně nad uvedenou teplotu; při začátku zahřívání nastavíme proto Vertex na teplotu 30 °C a pak postupně zvyšujeme teplotu lázně na požadovanou hodnotu). Po oddestilování 4 cm³ kapaliny jímáme do **suché** zkumavky č. 1 deset kapek destilátu a současně měříme teplotu par odcházejících do chladiče. Zkumavku uzátujeme a další 4 cm³ destilátu jímáme do jiné zkumavky, na níž je rovněž vyznačen objem 4 cm³. Do suché zkumavky č. 2 jímáme deset kapek další frakce a obdobným způsobem pokračujeme dále. Teplotu lázně postupně zvyšujeme tak, aby byla o 40 - 50 °C vyšší než je teplota do chladiče odcházejících par, kterou odečítáme na teploměru destilační aparatury. Po skončení destilace přerušíme zahřívání lázně, po vychladnutí odpojíme baňku se zbytkem destilované kapaliny od chladiče a kapalinu z baňky i 10 x 4 cm³ destilátu ze zkumavek vylijeme do láhve označené "Zbytky aceton + toluen".

Změříme indexy lomu celkem u 10 frakcí (zkumavky č. 1 až 10, do kterých jsme jímali po 10 kapkách jednotlivých frakcí), a pomocí kalibračního grafu zjistíme, jaká je v nich koncentrace acetonu (v obj. %).

Poznámka:

Objem 10 kapek destilátu je 0,3 cm³, tzn. že objem oddestilované kapaliny po 1. frakci je 4 + 0,3 = 4,3 cm³ atd.

frakce č.	objem oddestilované kapaliny, cm ³	teplota par °C	n _D ²⁰	obj. % acetonu v destilátu
1	4,3			
2	8,6			
⋮				

Vyhodnocení

- **Graf 1:** Ke konstrukci kalibračního grafu pro refraktometrická stanovení použijte milimetrový papír. Výhodné je nakreslit graf přímo ve cvičení, protože případné chyby měření indexů lomu je možné opakovaným měřením hned opravit (vzhledem k aditivitě indexu lomu musí být grafem přímka). Na osu x vyneste objemová procenta acetonu ve směsi (10 % = 20 mm) a na osu y vyneste n_D²⁰ (0,01 n_D²⁰ = 10 mm). Na tentýž papír uveďte vedle grafu tabulku hodnot, které byly použity ke konstrukci grafu.

- **Graf 2:** Destilační křivka - závislost teploty par odcházejících do chladiče na oddestilovaném objemu kapaliny. Měřítka: osa x - 10 cm³ oddestilované kapaliny = 25 mm, osa y - teplota par, 10 °C = 20 mm.

Úloha č. 16

Rektifikace směsi aceton + toluen na Jantzenově koloně

Úvod

Ze složení jednotlivých frakcí získaných při destilaci na jednoduché destilační aparatuře (viz úloha č. 6) vyplývá, že tímto způsobem destilace není možné izolovat ze směsi aceton + toluen čisté složky, i když body varu těchto dvou látek se liší o 54,3 °C. Rozdělit uvedenou směs na čisté složky se nám podaří destilací na koloně, tzv. rektifikací. Účinnost kolony se posuzuje podle počtu tzv. teoretických pater. **Teoretické patro** je myšlená část kolony, která způsobí obohacení kondenzátu nízkovroucí složkou na koncentraci odpovídající termodynamické rovnováze kapalně a plynné fáze. Dá se pochopit tak, že jedno patro kolony odpovídá jedné prosté destilaci směsi.

Úkol

4. sestavte aparaturu pro rektifikaci a destilujte směs aceton-toluen
5. refraktometricky stanovte složení jednotlivých frakcí, využijte kalibračního grafu z úlohy č. 6
6. stanovte počet teoretických pater kolony
7. nakreslete destilační křivku (viz úloha č. 6)

Pracovní postup

• Stanovení počtu teoretických pater kolony

Do trojhrdlé baňky odměříme 10 cm³ acetonu a 14 cm³ toluenu, do roztoku vhodíme varný kamínek a baňku uchytlíme do držáku. Na varnou baňku připojíme Jantzenovu kolonu, na kolonu připojíme hlavu kolony s teploměrem a kalibrovanou zkumavku pro jímání destilátu. Část hlavy kolony, kde je umístěn teploměr a trubici pro odvod par ke zpětnému chladiči, zaizolujeme skelnou izolační páskou. Do druhého hrdla baňky vsuneme zábrusový teploměr, třetí hrdlo uzavřeme zátkou. Varnou baňku vsuneme spolu s kontaktním teploměrem do olejové lázně (nádobka se rtutí kontaktního teploměru musí být na úrovni dna baňky). Do chladiče v hlavě kolony pustíme mírný proud vody, ventil v hlavě kolony uzavřeme tak, aby kondenzát nemohl stékat do jímací zkumavky a olejovou lázeň postavenou na vařiči vyhřejeme **postupně** až na teplotu 120 °C. Od okamžiku kdy se v hlavě kolony začne kondenzát vracet do kolony vyčkáme 5 minut, pak odečteme teplotu par v hlavě kolony a mírným pootožením ventilu v hlavě kolony vpustíme do jímací zkumavky asi 0,5 cm³ destilátu. Ventil opět uzavřeme, zkumavku s odebraným vzorkem uzátkujeme a na hlavu kolony připojíme další suchou zkumavku. Pomocí trubičky se skleněným kohoutem a injekční stříkačky odebereme bočním hrdlem varné baňky několik kapek vroucí kapaliny (uschováme v uzátkované zkumavce) a na teploměru odečteme teplotu vroucí směsi v baňce.

Změříme index lomu odebraného destilátu i směsi z varné baňky. Naměřené hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky. Z změřených indexů lomu destilátu a kapaliny ve varné baňce zjistíme pomocí kalibračního grafu (viz. úl. č. 6) složení obou kapalin v obj. %.

teplota °C		n _D ²⁰		složení destilátu		složení kapaliny	
par	kapaliny	destilátu	kapaliny	obj. % acet	x _{acet}	obj. % acet	x _{acet}

• Vlastní destilace směsi aceton + toluen na rektifikační koloně

Po provedeném měření, spojeném se stanovením počtu teoretických pater kolony, kdy baňku se směsí jsme stále zahřívali v olejové lázni při zavřeném ventilu na 120 °C, pootočíme mírně ventil v hlavě kolony a nastavíme refluxní poměr (tzn. poměr počtu kapek kondenzátu, který se vrátí zpět do kolony k počtu kapek kondenzátu, který vteče do jímací zkumavky) na hodnotu 3:1 až 5:1. Do jednotlivých suchých

zkumavek budeme postupně jímat vždy po 1 cm³ destilátu a současně budeme zaznamenávat teplotu par v hlavě kolony při odběru každého destilátu. Takto budeme postupovat tak dlouho, dokud teplota par v hlavě kolony z původní hodnoty nepoklesne. Pokles teploty par znamená, že ze směsi vydestilovala složka s nižším bodem varu (aceton) a původně nastavená teplota olejové lázně je příliš nízká na to, aby přes kolonu přešly páry složky s vyšším bodem varu (toluen). Proto postupně zvýšíme teplotu lázně až na 180 - 190 °C a při nezměněném refluxním poměru budeme jímat další frakce (opět po 1 cm³) a zaznamenávat teplotu par.

U všech zachycených frakcí změříme index lomu a pomocí kalibračního grafu zjistíme jejich složení. Naměřené hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky:

Frakce č.	celkový objem oddestilované kapaliny, cm ³	teplota par °C	n _D ²⁰	obj. % acet
1	1			
2 atd	2			

Poznámky:

1. Celá aparatura pro toto měření musí být suchá, po skončeném měření ji nevyplachujeme vodou, nýbrž malým množstvím acetonu a necháme ji vyvětrat v digestoři.
2. Kalibrační graf (naměřený u úlohy č. 6) je nutné překontrolovat, příp. změřit znovu.
3. Zbytky kapalin nevylévejte do výlevky, nýbrž do určených lahví označených "Zbytky".
4. Aceton i toluen jsou hořlaviny I. třídy a zdraví škodlivé látky. Je nutné s nimi pracovat v digestoři při zapnutém ventilátoru.
5. Body varu za normální tlaku: aceton 56,5 °C, toluen 110,8 °C.

Vyhodnocení

- Pro výpočet teoretických pater kolony vyjádříme obsah těkavější složky (tj. acetonu) v obou kapalinách v molárních zlomcích.

$$x_{\text{acet}} = \frac{n_{\text{acet}}}{n_{\text{acet}} + n_{\text{tol}}} = \frac{\frac{\text{obj. \% acet} \cdot 0,792}{100 \cdot 58,08}}{\frac{\text{obj. \% acet} \cdot 0,792}{100 \cdot 58,08} + \frac{\text{obj. \% tol} \cdot 0,866}{100 \cdot 92,13}}$$

x_{acet} = molární zlomek acetonu, n = počet molů příslušné složky, \bar{M}_r (aceton) = 58,08,
 \bar{M}_r (toluen) = 92,13,
 hustota (aceton) = 0,792 g cm⁻³, hustota (toluen) = 0,866 g cm⁻³.

Počet teoretických pater použité kolony pak vypočítáme ze vztahu Fenskeho:

$$N = \frac{\log \frac{y_n(1-x_1)}{x_1(1-y_n)}}{4,6 \frac{T_{101,325}}{T}} - 1$$

N počet teoretických pater kolony,
 $T_{101,325}$ rozdíl v bodech varu složek tvořících binární směs za normálního tlaku,
 T průměr teplot kapaliny ve varné baňce a par v hlavě kolony (uvádět v K),
 y_n molární zlomek těkavější složky v parách v hlavě kolony,
 x_1 molární zlomek těkavější složky v kapalině ve varné baňce.

- Z výsledků získaných při vlastní destilaci sestrojíme destilační křivku (viz úloha č. 6).
 Měřítka pro tuto křivku: 1 cm³ = 10 mm, 10 °C = 10 mm.

Úloha č. 17

Extrakce rostlinných barviv na Soxhletově přístroji

Úvod

Extrakcí čerstvých listů bobkovišně lékařské (*Prunus laurocerasus*) acetonem v Soxhletově extraktoru, po vysušení extraktu bezvodým síranem sodným a zahuštění na vakuové rotační odparce, lze získat roztok obsažených rostlinných barviv v acetonu. Tenkovrstvá chromatografie na Silufolu umožňuje v extraktu prokázat až sedm různých barviv lišících se hodnotou R_F .

Úkol

- Pomocí Soxhletova přístroje proveďte extrakci rostlinných barviv z listů bobkovišně lékařské.
- Pomocí tenkovrstvé chromatografie určete počet barviv v extraktu.

Pracovní postup

4. V mixéru rozmělníme **10 g** čerstvého zeleného rostlinného materiálu, přidáme **1 g** práškovitého uhličitanu vápenatého a jemně rozetřenou hmotu napěchujeme do papírové extrakční patrony. Patronu umístíme do **Soxhletova** extraktoru.
5. Do baňky o obsahu **250 ml** nalijeme **150 ml** acetonu, přidáme varné kamínky a extrahujeme po dobu asi **2 hodin**.
6. Acetonový extrakt potom pečlivě vysušíme bezvodým síranem sodným, sušidlo odfiltrujeme a filtrát zahustíme na rotační vakuové odparce na poloviční objem.
7. Extrakt nanese kapilárou na silufolovou desku (asi 5x15 cm) tak, že vytvoříme na startu silufolu souvislou vodorovnou čáru. Vzorek alespoň 2x převrstvíme.
8. Chromatogram vyvineme ve směsi **petrolether – isopropylalkohol – voda** v poměru **100 : 10 : 0,25**. Při dobrém rozdělení je na chromatogramu vidět sedm barevných čar. Chromatogram nalepíme do protokolu do sekce pozorování nebo závěr.

<input type="checkbox"/> karoten
feofytin
chlorofyl <input type="checkbox"/>
chlorofyl <input type="checkbox"/>
lutein
violaxanthin
neoxanthin
<hr/> <i>start</i>

Úloha č. 18

Příprava hexahydrátu síranu amonno-železnatého $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mohrovy soli)

Soli jsou důležitou skupinou sloučenin, pro něž je charakteristická krystalová struktura s pravidelným uspořádáním kationtů a aniontů, jejichž opačné náboje se vzájemně kompenzují, např. KCl, NH_4NO_3 nebo Na_2SO_4 . Sůl však nemusí nutně obsahovat pouze jeden druh kationtu, případně aniontu. Jsou známy rovněž soli, v nichž je jeden druh aniontu kombinován se dvěma různými kationty ($\text{KMgCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NaTi}(\text{NO}_3)_2$), nebo naopak, jeden kationt kompenzují dva různé anionty (fluoroapatit $\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$). Takové sloučeniny označujeme jako **podvojně soli**. Dříve byly jejich vzorce často psány způsobem $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ či $\text{NaNO}_3 \cdot \text{TiNO}_3$. Podvojná sůl vzniká tehdy, jestliže z roztoku krystalují dvě soli v jednoduchém stechiometrickém poměru za tvorby krystalové struktury, jež je odlišná od struktury obou výchozích solí. Soli vícesytných kyselin, v nichž je náboj jednoho aniontu kompenzován dvěma různými kationty, např. LiNaSO_4 nebo KNaCO_3 , bývají někdy označovány jako **soli směsné**. Lze je považovat za zvláštní podskupinu solí podvojných. Mezi podvojně soli patří i hexahydrát síranu amonno-železnatého (Mohrova sůl), jejíž přípravě se budeme věnovat v této úloze. Název Mohrova sůl tato sloučenina obdržela na počest K. F. Mohra (1806–79), profesora farmacie na univerzitě v Bonnu, jenž ji uvedl do odměrné analýzy. Na rozdíl od zelené skalice, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, na vzduchu neztrácí krystalovou vodu ani nepodléhá samovolné oxidaci vzdušným kyslíkem. Proto Mohrova sůl slouží jako standardní redukční činidlo v odměrné analýze. V dnešní úloze této její vlastnosti využijeme a stanovíme čistotu získaného produktu manganometrickou titrací.

Pracovní postup

Mohrovu sůl připravíme společnou krystalizací ekvimolárních množství síranu amonného a síranu železnatého z vodného roztoku.

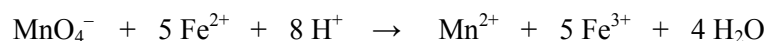
- 20,0 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpustíme ve 20 cm³ vody zahřáté na 70 °C a okyselené 2 - 3 kapkami koncentrované kyseliny sírové.
- Do roztoku přidáme kousek Fe hobliny k redukci vzniklých iontů Fe^{3+} na Fe^{2+} .
- Ve druhé kádince rozpustíme ve 20 cm³ vody okyselené 2 - 3 kapkami H_2SO_4 potřebné množství $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ a při teplotě 70 °C oba roztoky smícháme.
- Vzniklý roztok dekantujeme, případně přefiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka, pokud je to potřeba.
- Filtrát necháme krystalovat při pozvolném chladnutí na laboratorní teplotu. Vyloučené krystaly Mohrovy soli odfiltrujeme na Büchnerově nálevce.
- Filtrát jímáme do čisté odsávací baňky a necháme ho v odkrytém kelímku volně krystalovat do příštího cvičení.
- Krystaly na filtru postupně promyjeme 10 cm³ ledové vody a 20 cm³ ethylalkoholu a vysušíme je na vzduchu při laboratorní teplotě.
- V příštím cvičení zkontrolujeme čistotu připraveného preparátu manganometrickou titrací.

Vlastnosti

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [CAS 7783-85-9] tvoří modrozelené krystaly, které jsou na vzduchu stálé a nevětrají. Zahřátím nad 100 °C ztrácí Mohrova sůl veškerou krystalovou vodu, která je ve skutečnosti vázána v oktaedrických hexaaquaželeznatých iontech $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$.

Kontrola čistoty Mohrovy soli manganometrickou titrací

Titrace Mohrovy soli probíhá podle rovnice:



- Navážku soli spláchneme kvantitativně do odměrné baňky o objemu 100 cm³ a po jejím rozpuštění doplníme baňku vodou po značku.

- Z připraveného roztoku odpipetujeme 20 cm³ do titrační baňky, přidáme 100 cm³ vody, 5 cm³ koncentrované H₂SO₄, 2 cm³ přibližně 85 % H₃PO₄ a titrujeme 0,02 M roztokem KMnO₄ do trvale růžového zbarvení.
- Titraci opakujeme třikrát a z průměrné spotřeby 0,02 M roztoku KMnO₄ na titraci vypočítáme obsah (NH₄)₂SO₄·FeSO₄·6H₂O v analyzovaném vzorku v hmotnostních procentech.
- Výsledky analýz uvedeme v protokolu do tabulky.

Navážka Mohrovy soli[g]	Faktor 0,02 M KMnO ₄	Spotřeba 0,02 M KMnO ₄ [cm ³]				Čistota Mohrovy soli[%]
		1	2	3	průměr	

Pozn. Navážku Mohrovy soli na analýzu vážíme s přesností na 0,1 mg a volíme ji tak velkou, aby při titraci 25 nebo 20 cm³ připraveného roztoku soli se spotřeba titračního roztoku KMnO₄ pohybovala v rozmezí 15 - 20 cm³.

Komentář

Podvojně soli musíme důsledně odlišovat od solí izomorfně krystalizujících a solí s komplexními ionty. O izomorfii a tvorbě směsných krystalů hovoříme tehdy, jestliže dvě různé soli s analogickou krystalovou mřížkou krystalují z roztoku v poměru, jenž je v určitém intervalu proměnný (zřídka libovolný), a krystalová struktura zůstává stejná, s výjimkou mírně se měnících mřížkových parametrů. Ke vzniku tzv. **směsných krystalů** dochází při krystalizaci solí, které mají blízké mřížkové parametry a iontové poloměry, např. u párů KCl/KBr, KH₂PO₄/KH₂AsO₄ nebo KClO₄/KMnO₄. Naproti tomu, soli s komplexními ionty svým složením formálně mohou připomínat podvojně soli a také vždy mají krystalovou strukturu odlišnou od struktury výchozích látek, avšak při tvorbě roztoku disociují odlišným způsobem. Při psaní vzorců to vystihujeme umístěním komplexní částice do hranaté závorky, např. K₄[Fe(CN)₆]. Při rozpouštění ve vodě poskytuje tato sloučenina anion [Fe(CN)₆]⁴⁻ a proto o ní nemůžeme mluvit jako o podvojně soli 4KCN·Fe(CN)₂.

Při titraci Mohrovy soli roztokem manganistanu draselného, vzniklé Fe³⁺ ionty se maskují kyselinou fosforečnou jako bezbarvé komplexy [Fe(HPO₄)₃]³⁻ a [Fe(PO₄)₃]⁶⁻.

Otázky

1. Nakreslete elektronové strukturní vzorce NH₄⁺, NMe₄⁺.
2. Proč se k titrovanému roztoku Mohrovy soli přidává H₃PO₄?
3. Jakou jinou metodou by se dal stanovit ekvivalenční bod při manganometrické titraci?
4. Vysvětlete, jaký má vliv pH na průběh reakce probíhající při manganometrickém stanovení Mohrovy soli?
5. Popište rovnici chemickou reakci mezi KMnO₄ a Fe²⁺ v neutrálním roztoku.
6. Popište rovnici chemickou reakci mezi KMnO₄ a Fe²⁺ v bazickém roztoku.
7. Jaké jsou důvody využití Mohrovy soli jako standardu v oxidačně-redukčních stanoveních.
8. Navrhněte a запиšte chemickou rovnici jiné možnosti přípravy Mohrovy soli, např. s využitím Fe₂(SO₄)₃ jako výchozí sloučeniny.
9. Které soli Fe(II) nelze připravit v důsledku redoxní reakce Fe²⁺ s aniontem?