

2. týden

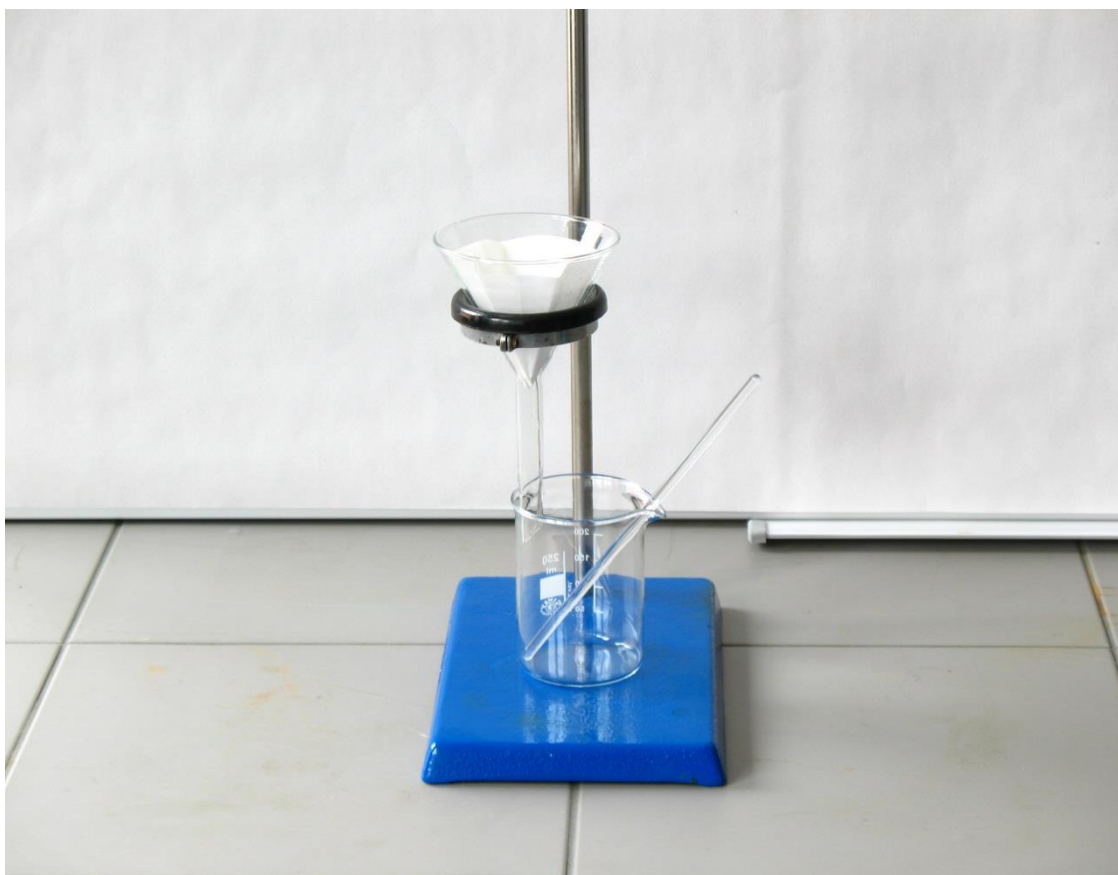
GRAVITAČNÍ FILTRACE ZA ATMOSFÉRICKÉHO TLAKU

Filtrace za atmosférického tlaku patří mezi nejužívanější laboratorní separační metody. Pro oddělení tuhé fáze (sraženiny, krystalů v matečném louhu či mechanické nečistoty) od fáze kapalné se užívá více druhů filtračního materiálu (papír, papír ze skelných vláken, textilní filtry), které se vkládají do různých typů nálevek. Vlastní filtrace se uskutečňuje v důsledku působení gravitace na kapalinu, která proniká póry filtru a je zachycována v jímadle. Probíhá poměrně pomalu a je užívána zejména při odstraňování menších množství tuhé fáze z roztoků a jiných kapalin. Při použití vyhřívaných nálevek je možné filtrovat také horké roztoky a udržovat jejich teplotu na požadované úrovni.

Úkoly: Přes hladký a skládaný papírový filtr přefiltrujte po 50 cm³ suspenze Fe₂O₃ ve vodě a sledujte rozdílnou rychlost filtrace na jednotlivých filtrech. Filtraci proveďte i na žebrované nálevce.

Pracovní postup

- Na stojan uchyťte filtrační kruh, do kruhu vsuňte filtrační nálevku a pod nálevku postavte kádinku tak, aby se stopka nálevky dotýkala stěny kádinky (obr. 1).
- Vystříhnete z archu filtračního papíru filtr, upravte jej do žádané podoby, vložte ho do nálevky a navlhčete jej vodou ze stříčky.
- Do odměrného válce nalijte 50 cm³ **roztřepané** vodné suspenze Fe₂O₃ a přefiltrujte ji přes hladký filtr.
- Pokud je sraženina Fe₂O₃ příliš jemná a bude filtrem zčásti procházet, zopakujte filtraci s hustým filtrem pro kvantitativní analýzu o velikosti pórů < 3 μm.
- Stejně objemy suspenze postupně přefiltrujte také skládaným filtrem. V obou případech zaznamenejte dobu potřebou k filtraci.
- Filtráty vylijte do výlevky, filtry vhodte do nádoby na chemický odpad a použité sklo umyjte.



Obr. 1 Aparatura pro filtraci za atmosférického tlaku

PODTLAKOVÁ FILTRACE NA BÜCHNEROVĚ NÁLEVCE

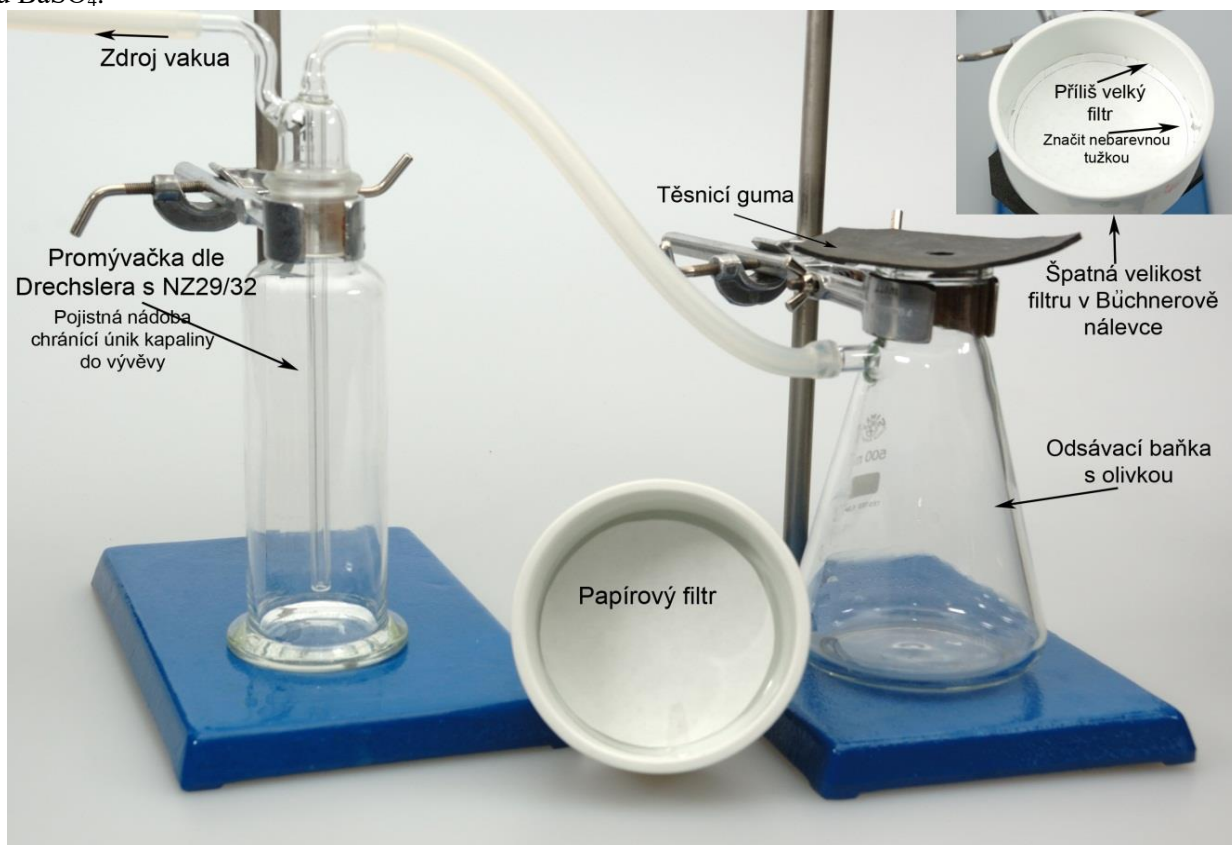
Filtrační proces lze značně urychlit, jestliže působení gravitace na kapalinu ještě doplníme rozdílem tlaků na obou stranách filtru. V laboratorní praxi to většinou realizujeme snížením tlaku pod filtrem. Jedná se o tzv. podtlakovou filtraci neboli odsávání, k němuž obvykle využíváme olejové nebo membránové vývěvy. Vedle filtračního papíru se používají i jiné porézní materiály jako jsou průlinčité destičky ze sintrované skleněné drtě, tzv. frity, nebo membrány z plastů. Papírové a membránové filtry se vkládají do porcelánové Büchnerovy nálevky opatřené dírkovanou opěrnou destičkou, frity bývají obvykle vtaveny do nuče, což je vhodně tvarovaná skleněná nálevka.

Potřebný podtlak pro filtraci vytváříme odsáváním vzduchu z tlustostěnných odsávacích baněk, do jejichž hrdla se umísťuje nuč nebo Büchnerova nálevka obvykle utěsněná podložkou z pěnové pryže nebo kuželovitým pryžovým těsněním.

Úkol: Oddělte BaSO_4 z vodného roztoku KMnO_4 filtrací za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce.

Pracovní postup

- Sestavte aparaturu pro filtraci za sníženého tlaku pomocí Büchnerovy nálevky (obr. 2).
- Na stojan připevníte svorku s držákem a do držáku uchyťte odsávací baňku. Na ni nasadíte Büchnerovu nálevku opatřenou těsnicí pryžovou podložkou. K odsávací baňce připojíte hadici od centrálního rozvodu vakua. Abychom ochránili vývěvu centrálního rozvodu vakua, vedeme odsátý vzduch přes pojistnou nádobu. V tomto případě je pojistnou nádobou promývací láhev.
- Připravte suspenzi BaSO_4 . Do kádinky s 100 cm^3 vody vhodíte jeden **velice malý krystalek** KMnO_4 a mícháním ho rozpustíte. Do **slabě** fialového roztoku přidejte asi 10 g BaSO_4 a zamíchejte.
- Do nálevky vložte a ovlhčete správně vystřížený papírový filtr. Vodu použitou k ovlhčení filtru krátce odsajte a rychle a rovnoměrně na celou plochu filtru nalijte promíchanou suspenzi.
- Roztok odsajte a z odfiltrovaného BaSO_4 pomocí skleněné zátky nebo kádinky vytlačte matečný louh. Jestliže po odsátí matečného louhu zůstane BaSO_4 znečištěn KMnO_4 , proveďte jeho promytí.
- Filtrát vylijte do speciální nádoby na odpad, odsátý BaSO_4 i s filtrem nechte vysušit při $110 \text{ }^\circ\text{C}$, zvažte vysušený BaSO_4 a uchovejte jej v určené nádobě. Filtr odložte do nádoby na chemický odpad. Porovnejte hmotnost navážky a výtěžku BaSO_4 .



Filtrace za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce

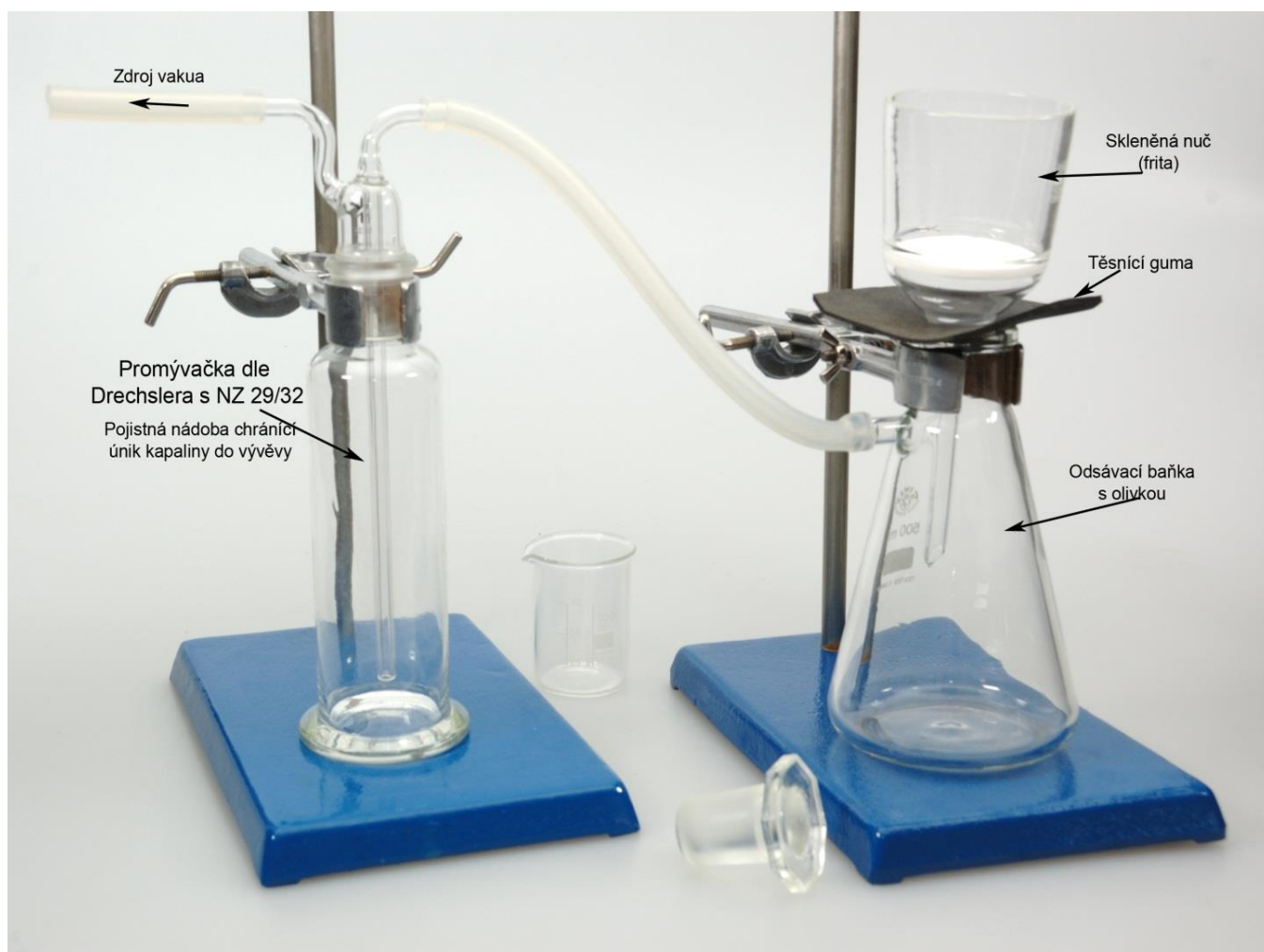
Obr. 2 Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku

FILTRACE ZA SNÍŽENÉHO TLAKU NA SKLENĚNÉ NUČI (FRITĚ)

Úkol: Z nasyceného roztoku manganistanu odfiltrujte nerozpuštěný dodekahydrát síranu draselno-hlinitého $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (kamenec).

Pracovní postup

- Do 100cm³ kádinky odměřte 30 cm³ vody, vhod'te **velmi malé zrníčko** $KMnO_4$ a mícháním vytvořte světle růžový roztok.
- Přidejte přibližně 12 g kamence draselno-hlinitého $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a intenzivním mícháním připravte jeho nasycený roztok při teplotě laboratoře. Přibližně 2/3 kamence zůstane nerozpuštěno.
- Na stojan připevněte svorku s držákem a do držáku uchyt'te odsávací baňku. Na ni nasad'te nuč opatřenou těsnicí pryžovou podložkou. K odsávací baňce připojte hadici od centrálního rozvodu vakua (obr. 3).
- Suspenzi látky nalijte na fritu a otevřete ventil rozvodu vakua.
- Nechte odsát matečný louh a jeho zbytek vytlačte z krystalků vhodným předmětem(tyčinkou s ploškou, malou kádinkou nebo skleněnou zátkou). Je-li třeba, proved'te promytí krystalů na fritě **ledovou vodou (0-5 °C)**. K chlazení vody použijte ledovou lázeň, tvořenou vodou a ledovou tříští.
- Filtrát vylijte do odpadní nádoby. Čistý $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ nechte volně proschnout na filtračním papíře a poté sesypte do speciální nádoby.



Filtrace za sníženého tlaku na skleněné nuči (fritě)

Obr. 3 Aparatura pro filtraci za sníženého tlaku

PROMÝVÁNÍ SRAŽENINY NEBO KRYSTALŮ NA FILTRU

Promývání sraženin nebo krystalů zadržovaných na filtru představuje důležitou operaci, při které z povrchu tuhé fáze odstraňujeme zbytky matečného louhu.

Promývání se zpravidla provádí čistým rozpouštědlem a je účinnější, provádí-li se vícekrát menším množstvím promývacího roztoku. Množství rozpouštědla použitého k promývání by mělo být co nejmenší, aby nedocházelo k rozpouštění izolované látky na filtru. Její rozpustnost můžeme většinou omezit snížením teploty promývací kapaliny.

Na papírovém filtru v kuželovité klasické nálevce se promývání provádí pouhým nalitím promývací kapaliny na zachycenou tuhou fázi – sraženinu nemícháme, protože by mohlo dojít k protržení filtru.

Promývání na Büchnerově nálevce provádíme stejným způsobem. Sraženinu nemícháme, pouze proléváme při zapojeném vakuu.

Pracovní postup při promývání na nuči

- Po odsátí tuhého produktu ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) odpojte přívod vakua od odsávací baňky.
- Pevnou látku na filtru převrstvěte ledovou destilovanou vodou, směs promíchejte tyčinkou a vzniklou suspenzi po připojení vakua rychle odsajte.
- Pomocí zátky nebo malé kádinky vytlačte z krystalků veškeré zbylé rozpouštědlo. V případě potřeby promyťte zopakujte.

HMOTNOST LÁTEK

Vážení na předvážkách

Laboratorní předvážky slouží k určení hmotnosti různých předmětů, zejména však k navažování výchozích látek pro chemickou syntézu nebo zvažení sloučenin, které byly při syntéze izolovány. Obvykle nejsou opatřeny protiprůvanovým krytem, váží s přesností $1 \cdot 10^{-2}$ či $1 \cdot 10^{-3}$ g a jejich váživost se pohybuje v rozmezí 200 – 600 g, výjimečně dosahuje až 1200 g. Pro méně přesná vážení se používají technické váhy, které při přesnosti vážení $1 \cdot 10^{-1}$ g mohou mít váživost až 6000 g. Všechny tyto váhy jsou jednomiskové, údaje jsou zobrazovány na displeji a mají tarovací tlačítko, které umožňuje automatické odečtení hmotnosti nádobky, do které je látka navažována.



Obr. 4 Předvážky

TEORETICKÁ PŘÍPRAVA

SKRIPTA: Příhoda, Černík, Janků, Literák, LABORATORNÍ TECHNIKA, Brno 2012.

- Kapitola 3 Materiály používané v chemické laboratoři.
- Kapitola 5 Základní operace v laboratoři – chlazení.
- Kapitola 6 Základní laboratorní techniky – filtrace, odsávání, dekantace, sestavování aparatur.
- Kapitola 8 Vakuum v chemické laboratoři.