

NÁVODY KE CVIČENÍ
Z LABORATORNÍ TECHNIKY A
OBECNÉ CHEMIE

MU Brno 2007
Upraveno 2009

LABORATORNÍ ŘÁD

- Posluchači jsou povinni přicházet do cvičení včas a řádně připraveni. Musí mít provedeny potřebné **výpočty**, rozumět postupu práce a znát **vlastnosti látek** se kterými budou pracovat (skupenství, toxicita, hořlavost apod.). Tyto vědomosti je nutno čerpat z literatury či dostupných databází. Pokud se prokáže, že student není na úlohu z jakéhokoli hlediska připraven, **nebude mu dovoleno úlohu provést**.
- Každý posluchač musí mít vlastní pracovní **plášť**, **vhodnou pracovní obuv** a je povinen po celou dobu cvičení používat **ochranné brýle**, případně další předepsané ochranné pomůcky (štit, rukavice apod.).
- 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. Není dovoleno vynášet laboratorní pomůcky či chemikálie z laboratoře.
- K vlastnímu provedení úlohy přistoupí posluchač až po kontrole aparatury učitelem nebo instruktorem. Student nesmí samovolně měnit předepsaný postup práce. V případě nejasností je třeba problém konzultovat s učitelem nebo instruktorem.
- 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.
- V laboratoři je **zakázáno jíst, pít a kouřit**. Kouření je zakázáno v celé budově. Zakázáno je též použití laboratorního nádobí k přechovávání potravin. Pro účely konzumace potravin bývá mimo prostor laboratoře vyhrazeno místo.
- Chemikálie je zakázáno brát nechráněnou rukou, používáme vhodné laboratorní pomůcky, resp. gumové rukavice; žíravé a jedovaté látky je třeba pipetovat bezpečnostními pipetami. Při manipulaci s látkami v otevřených nádobách (např. zkumavkách) je nutné odvrátit ústí nádoby od obličeje a je nezbytné dbát na to, aby nesměřovalo k sousedním pracovníkům.
- Na pracovním stole je třeba udržovat pořádek, všechny odpadky je nutno průběžně odstraňovat.
- Všechny manipulace s látkami dýmavými a dráždivými, jedy a látkami snadno těkavými se musí provádět v digestoři při spuštěném ventilátoru. Zde je nutné provádět i přesypávání jemně zrnitých chemikálií (například produktů syntéz uskutečňovaných ve cvičení).
- Při destilaci hořlavin je nezbytné z okolí předem odstranit zásobní lahve s hořlavinami a jiné chemikálie přemístit do bezpečné vzdálenosti a v okolí vypnout všechny zdroje plamene (např. kahany, plamínek průtokového ohříváče apod.). **Hořlaviny je zakázáno zahřívát kahanem**. Pro zahřívání hořlavin je třeba používat vodní či jiné lázně nebo topná hnízda. Zahřívání některých vysoce hořlavých látek (např. diethylether, sirouhlík), apod. lze provádět pouze na vodní lázni. Je třeba mít připraveny pomůcky pro hašení požáru.
- Před započítím destilace i v jejím průběhu je nutno vždy kontrolovat přívod chladicí vody, aby nemohlo dojít k úniku par do okolí.
- Pokud se k zahřívání používá olejová lázeň, musí se její teplota udržovat pod bodem vznícení. Z tohoto důvodu musí být v olejové lázni vždy umístěn teploměr. Vnikne-li do olejové lázně voda, je třeba přerušit zahřívání a lázeň okamžitě vyměnit.
- Roztoky těžkých kovů, organická rozpouštědla, odpadní oleje a jiné s vodou nemísitelné látky je **zakázáno vylévat do výlevky**. Kyseliny a louhy je možno tímto způsobem likvidovat pouze po důkladném zředění vodou. K likvidaci nebezpečných odpadů slouží přichystané odpadní nádoby. Likvidace těchto odpadů se pak provádí centrálně.
- **Skleněné střepy** a jiné odpadky s ostrými hranami musí být odkládány do nádob zvlášť k tomu určených. Použité filtry a jiný pevný odpad se ukládá do nádob k tomuto účelu určených.
- Každé drobné poranění, stejně jako bolesti hlavy, hučení v uších apod. je třeba neprodleně hlásit vedoucímu cvičení.
- Po skončení práce je třeba **zkontrolovat uzavření plynu, vody a vypnout všechny elektrické spotřebiče**. Rovněž je třeba zkontrolovat, zda jsou uzavřeny nádoby s chemikáliemi a jsou uloženy na patřičné místo. Pracovní místo i použité sklo musí zůstat čisté.
- Práce v chemické laboratoři je zakázána těhotným ženám a matkám do konce 9. měsíce po porodu. Posluchačka je povinna vedoucímu cvičení svou případnou graviditu oznámit.

VŠEOBECNÉ POKYNY KE CVIČENÍ Z LABORATORNÍ TECHNIKY

1. Přesný rozpis vypracování úloh z laboratorní techniky jednotlivými posluchači bude oznámen v prvním cvičení.
2. V úloze č. 1 vypracují posluchači krátký protokol zahrnující všechny výpočty z části F (Vážení, měření objemů kapalin, příprava odměrného roztoku).
3. Z každé úlohy, počínaje úlohou č. 2, vypracují všichni posluchači protokoly, které vždy v příštím cvičení odevzdají vedoucímu cvičení.

Úloha č. 1:

SESTAVOVÁNÍ APARATUR A PROVÁDĚNÍ JEDNODUCHÝCH OPERACÍ

Následující krátké úlohy vypracují posluchači ve 2. a 3. týdnu cvičení z laboratorní techniky. V těchto úlohách si prakticky vyzkoušejí sestavování aparatur a provádění jednotlivých operací. V těchto úlohách prováděné práce budou pak znovu procvičeny jak ve cvičení z laboratorní techniky tak i ve cvičení z preparativní anorganické chemie.

A. Filtrace za normálního tlaku

Úkol: Přes hladký a skládaný filtr přefiltrujeme po 50 cm³ suspenze Fe₂O₃ ve vodě.

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.
- 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.
- Filtráty vylijte do výlevky, filtr vhodte do určené odpadní nádoby a použité sklo umyjte.

B. Filtrace za sníženého tlaku

Úkol: Na Büchnerově nálevce přefiltrujte 100 cm³ suspenze PbI₂ ve vodě a na fritě směs 15 g NaCl v 15 cm³ vody.

Pracovní postup

- Na stojan připevněte svorky a držák a do držáku uchyťte odsávací baňku s Büchnerovou nálevkou.
- Do Büchnerovy nálevky ustříhnete filtr a navlhčete ho vodou.
- K odsávací baňce připojte hadici od rozvodu centrálního vakua a odsajte z filtru vodu, kterou jste filtr navlhčili. Odpojte rozvod vakua od odsávací baňky a z odsávací baňky vylejte odfiltrovanou vodu.
- Promíchejte obsahem láhve se suspenzí PbI₂ ve vodě, odměřte 100 cm³ této směsi, připojte rozvod vakua k odsávací baňce, směs přefiltrujte přes Büchnerovu nálevku a rozvod vakua od odsávací baňky odpojte.
- Pokud filtrát není čirý, vylijte ho do kádinky, odsávací baňku vymyjte vodou a zakalený filtrát znovu přefiltrujte přes již použitý filtr na Büchnerově nálevce.
- Čirý filtrát vylijte do výlevky, filtr s PbI₂ vhodte do nádoby určené na chemický odpad, vymyjte Büchnerovu nálevku a odsávací baňku.
- Na předvážkách navažte na Petriho misku 15,0 g NaCl, navážku nasypete do kádinky, k soli přidejte 15 cm³ vody, odměřené v odměrném válci, a směs v kádince promíchejte tyčinkou.
- Na odsávací baňku dejte fritu a nerozpuštěný NaCl po připojení rozvodu vakua k odsávací baňce odfiltrujte.
- NaCl, který zůstal v kádince, rozmíchejte s 5 cm³ vody a směs znovu nalijte na fritu.
- Rozvod vakua odpojte od odsávací baňky. NaCl na fritě promyjte 5 cm³ vody: krystaly NaCl převrstvěte vodou, směs promíchejte tyčinkou a vzniklý roztok po připojení rozvodu vakua k odsávací baňce odfiltrujte.
- Odfiltrovaný NaCl nasypete do určené nádoby a použité sklo vymyjte vodou.

C. Filtrace za horka

Úkol: Nálevkou pro filtraci za horka přefiltrujte připravený roztok kyseliny borité ve vodě.

Pracovní postup

- Na stojan uchyťte žíhací kruh se sítkou.
- V odměrném válci odměřte 70 cm³ vody a vodu přelijte do kádinky.
- Na předvážkách navažte do misky 10,0 g H₃BO₃ a navážku nasypete do vody v kádince.
- Na stojan uchyťte do držáku nálevku pro filtraci za horka, do pláště nálevky nalijte vodu přibližně 1 cm pod horní okraj pláště, do nálevky vložte hladký filtr a vodu v plášti nálevky zahřejte kahanem téměř k varu vody.
- Současně se zahříváním nálevky zahřívejte na teplotu 60 °C i směs H₃BO₃ + H₂O. Směs míchejte tyčinkou a teplotu kontrolujte teploměrem. **Nepoužívejte teploměr k míchání !**
- Po rozpuštění H₃BO₃ přefiltrujte vzniklý roztok přes filtr ve vyhřáté nálevce pro filtraci za horka. Po dobu filtrace neustále kontrolujte množství vody v plášti a při jejím úbytku (odpaření) ji neprodleně doplňte. Dbejte na to, aby se stopka nálevky dotýkala stěn kádinky a filtrát ze stopky volně stékal po stěně kádinky.
- Filtrát s případně vyloučenými krystaly H₃BO₃ nalijte do určené nádoby.
- Z pláště nálevky vylijte vodu a použité skleněné předměty vymyjte **teplou** vodou.

D. Prostá destilace

Úkol: Na jednoduché destilační aparatuře oddestilujte několik cm³ vody z vodného roztoku modré skalice.

Pracovní postup

- 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.
- Do baňky nalijte pomocí nálevky 100 cm³ 1 % roztoku modré skalice ve vodě a do roztoku vhod'te jeden varný kamínek. Na baňku připojte chladič.
- Ke druhému konci chladiče postavte stojan se svorkou a držákem, do držáku uchyťte předlohu (baňku) a předlohu spojte s chladičem. Spojení baňky s chladičem musí být těsné a **bez pnutí**.
- Na chladič připojte hadice pro přívod a odvod vody, konec hadice pro odvod vody zasuňte do odpadu nebo položte do výlevky a do chladiče pusťte mírný proud vody. Do otvoru v chladiči zasuňte zábrusový teploměr.
- Varnou baňku zahřívejte kahanem a občas kontrolujte množství vody protékající chladičem. Odečtěte teplotu par, které odcházejí do chladiče. Po předestilování několika cm³ kapaliny (všimněte si zbarvení destilátu) zahřívání přerušte.
- Po vychladnutí aparaturu kompletně rozeberte a vymyjte vodou.

E. Vytřepávání

Úkol: Pomocí dělicí nálevky vytřepejte jod z jeho roztoku ve vodě do CH₂Cl₂.

Pracovní postup

- Na stojan uchyťte svorku s držákem a do držáku upevněte malou vytřepávací (dělicí) nálevku.
- Do dělicí nálevky nalijte 10 cm³ roztoku I₂ ve vodě a 10 cm³ CH₂Cl₂. Pod nálevku umístěte prázdnou kádinku vhodné velikosti, která slouží jako pojistná nádoba proti případnému úniku obsahu dělicí nálevky.
- Dělicí nálevku uzátkejte, sundejte ji ze stojanu a obsah v baňce důkladně protřepejte (jednou rukou držte zátku, druhou rukou palcem zábrusový kohout). Pravidelně otáčením zábrusového kohoutu uvolňujte vznikající přetlak v dělicí nálevce, přičemž stopku dělicí nálevky namiřte do digestoře směrem šikmo nahoru.
- Dělicí nálevku po vytřepání uchyťte znovu do stojanu a vyčkejte až se obě vrstvy oddělí.
- Dělicí nálevku pak odzátkejte a spodní vrstvu - roztok I₂ v CH₂Cl₂ (všimněte si zbarvení tohoto roztoku) odpusťte stonkem do suché kádinky.
- Horní vodnou vrstvu lze rovněž vypustit přes stonek, který jsem předtím osušili 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").

F. Vážení, měření objemů kapalin, příprava odměrného roztoku

Úkol 1: Odměřování vody pipetou

Pracovní postup

- Do kádinky nalejte asi 100 cm³ demineralizované vody a několikrát odměřte pipetou 25 cm³ vody do titrační baňky (do pipety nasávejte pomocí balonku). Odměřovanou kapalinu z pipety balonkem nevyfukujte, obsah pipety nechejte volně vytéci do odměrné baňky s pipetou skloněnou pod úhlem 45° a špičkou pipety dotýkající se stěny kádinky. Nakonec otřete špičku pipety o dno nebo stěnu baňky. Ve špičce pipety **zůstane** kapka kapaliny.

Úkol 2: Alkalimetrická titrace 0,15 M roztoku HCl

Pracovní postup

- Do čisté suché kádinky nalejte ze zásobní lahve asi 50 cm³ roztoku HCl o neznámé koncentraci. Z této kádinky odměřte pipetou do tří titračních baněk po 10 cm³ roztoku HCl (do pipety nasávejte pomocí balonku). Ke každému odměřenému roztoku přidejte tři kapky roztoku fenolftaleinu a stěny baňky spláchněte demineralizovanou vodou.
- Byretu propláchněte malým množstvím odměrného roztoku (0,1 M roztok NaOH) a naplňte nad značku 0 cm³. Případnou vzduchovou bublinu ve špičce skleněné trubičky na konci byrety odstraňte krátkým a rázným otevřením kohoutu.
- Hladinu odměrného roztoku v byretě upravte (buď doplněním roztokem NaOH nebo vypuštěním nadbytečného roztoku) na značku 0 cm³.
- Ztitrujte obsah první titrační baňky roztokem z byrety. V ekvivalenčním bodě zbarví jediná kapka odměrného roztoku obsah baňky červenofialově. Po titraci odečtete na byretě polohu menisku s přesností na jedno desetinné místo, druhé desetinné místo odhadněte. Tato poloha odpovídá spotřebě odměrného roztoku pro danou titraci.
- Obdobně ztitrujte i obsah dvou zbývajících titračních baněk. Spotřeba odměrného roztoku na titraci by měla být stejná jako při první titraci. Proto můžete z byrety vypustit najednou tolik roztoku, kolik činila předchozí spotřeba na první titraci zmenšená asi o 1 cm³. Pak přidávejte odměrný roztok z byrety po kapkách až do ekvivalenčního bodu. Spotřeby na titrace si запиšte. Pokud se spotřeby liší o více než 0,5 cm³ proveďte čtvrtou titraci. Ze spotřeby vypočtete na základě známého neutralizačního děje přesnou koncentraci roztoku HCl.
- Roztok louhu z byrety vypusťte a vylijte do výlevky. Všechno použité sklo vymyjte vodou.

Úkol 3: Příprava odměrného roztoku v odměrné baňce

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 2,9 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 demineralizovanou 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 100 cm³. Vodu přidávejte nejprve ze stříčky, poslední kapky přidávejte kapátkem.
 - Baňku uzátkujte a několikanásobným převrácením obsah baňky důkladně promíchejte.
 - Vypočítejte:
 - molární koncentraci NaCl
 - koncentraci NaCl v hmotnostních procentech
- Údaje o hustotě potřebné pro výpočet zjistíte z přiložené tabulky. K určení odpovídající hodnoty hustoty pro vámi připravený roztok použijte interpolaci.
- Všechno použité sklo po práci vymyjte vodou.

Tabulka hustot a koncentrací roztoků NaCl

c _w , % hm.	Hustota, g cm ⁻³	c _M , mol l ⁻¹
1	1,0053	0,1720
2	1,0125	0,3465
4	1,0268	0,7027
6	1,0413	1,069

Úloha č. 2:

PŘÍPRAVA $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ A PĚSTOVÁNÍ SMĚSNÉHO KRYSTALU

$K(Al/Cr)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

Úvod

Podvojně sírany obecného složení $M^I M^{III}(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ($M^I = Na, K, Rb, Cs, NH_4, Tl$; $M^{III} = Al, Cr, Mn, Fe, Co, V, Ga, In, Tl$) nazývané kamence, připravujeme společnou krystalizací M_2SO_4 s $M_2(SO_4)_3$. Některé kamence jsou navzájem izomorfní a mohou proto tvořit směsné krystaly.

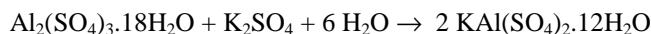
Úkol

- připravte roztok $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$
- obměnou krystalizačních postupů připravte krystaly různé velikosti
- připravte směsný monokrystal $K(Al/Cr)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

Pracovní postup

a) Příprava $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

- Do 300 cm³ vody přidáme 2 cm³ koncentrované H_2SO_4 (zabráníme tím hydrolyze Al^{3+}), roztok zahřejeme na 60 °C, přidáme do něho 60,0 g rozetřeného $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ a příslušné množství K_2SO_4 vypočítané podle rovnice



- 100 cm³ vzniklého roztoku zfiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka (zbytek roztoku zpracujeme později - viz bod b). Prvních 50 cm³ filtrátu jímáme do kádinky o objemu 150 cm³, do které před začátkem filtrace odměříme 80 cm³ vody. Vzniklých 130 cm³ roztoku necháme na vyhrazeném místě do příštího cvičení volně krystalizovat v kelímku. Z krystalů $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, které vykristalují při této nerušené krystalizaci, vybereme pak nejlépe vyvinuté monokrystaly a odevzdáme je vedoucímu cvičení.
- Druhou část filtrátu (50 cm³) jímáme do jiné kádinky a po skončení filtrace ochladíme filtrát v misce v chladicí lázni voda - led. Mícháním roztoku tyčinkou podpoříme vylučování $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Vyloučené krystaly odfiltrujeme na Büchnerově nálevce, promyjeme 25 cm³ ethanolu a veškerý ethanol úplně odsajeme. Produkt necháme dosušit v tenké vrstvě na filtračním papíře na pracovním stole. Vysušený produkt zvažíme a vysypeme do sběrné nádoby.

b) Příprava směsného krystalu $K(Al/Cr)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ a pěstování většího monokrystalu $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

- Roztok, který jsme nepoužili pro přípravu $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (viz bod a), zfiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka a filtrát jímáme do 200 cm³ vody zahřáté na 40 °C. Vzniklý roztok rozdělíme do dvou popsanych plastových kelímků. V jednom z roztoků rozpustíme ještě 0,4 g $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Vyčkáme, až teplota obou roztoků klesne na 30 °C, a teprve potom ponoříme do každého z nich po jednom dobře vyvinutém monokrystalu dodekahydrátu síranu draselno-hlinitého. Silonové vlákno, na které krystal uvážeme, upevníme na špejli, kterou položíme přes okraj kelímku. Krystal umístíme ve středu kelímku asi 3 cm ode dna. Kelímky s roztoky a v nich zavěšenými krystaly necháme na vyhrazeném místě. V příštím cvičení se přesvědčíme, zda na zárodečných krystalech vykristaloval větší krystal $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, případně směsný krystal $KAl(Cr)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. V protokolu uvedeme, jaký tvar měly vypěstované krystaly.

Poznámky

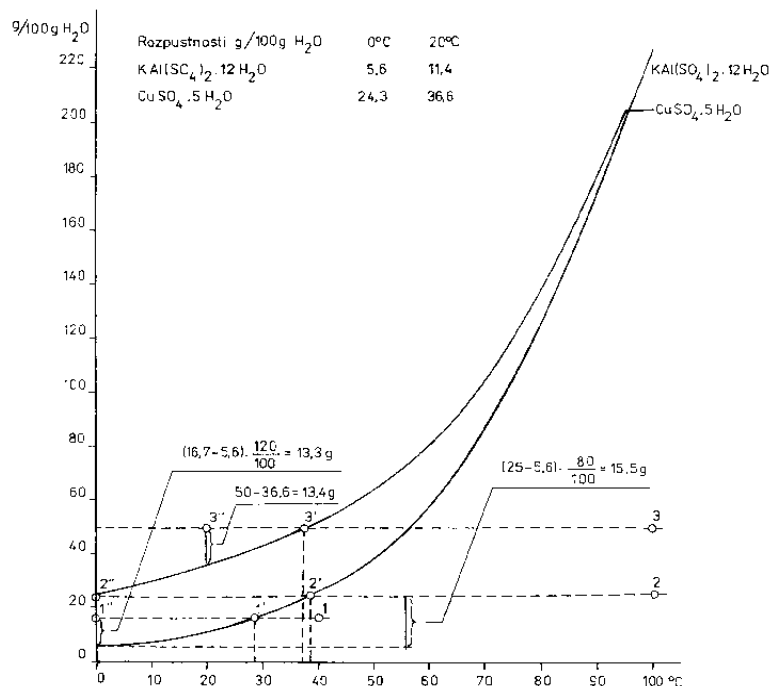
Objemy roztoku $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ přibližně odhadujeme pomocí stupnice na kádinkách - neměříme je odměrnými válci. Roztoky z kelímků v následujícím cvičení slijeme do sběrných nádob a kelímky důkladně vymyjeme teplou a následně demineralizovanou vodou.

Úloha č. 3:

DĚLENÍ SMĚSI $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ + $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + Cr_2O_3

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 uvedených 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 cm³ 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') se

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.

Zahustíme-li uvedený roztok na objem 80 cm³ (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 ochlázovat, 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 H₂O 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 cm³ (to odpovídá roztoku 50,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 100 g vody - bod 3) a jeho ochlazením na teplotu 20 °C (bod 3') se z roztoku vyloučí $(50 - 36,6) \cdot 40/100 = 5,4$ g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, který je v roztoku obsažen se nebude z roztoku vylučovat, protože při 20 °C se ve 40 g vody rozpustí 4,6 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

Úkol

- připravte směs tří látek o rozdílné rozpustnosti
- proveďte jejich rozdělení
- stanovte výtěžky jednotlivých separací a porovnejte je s teoretickými hodnotami

Pracovní postup

- V třecí misce rozetřeme po částech nejprve 20,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a pak 20,0 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Obě rozetřené sloučeniny rozpustíme v kádince ve 120 cm³ vody ohřáté na teplotu 60- 70 °C. Do vzniklého roztoku nasypane ještě 5,0 g Cr_2O_3 a vzniklou směs promícháme.
- Cr_2O_3 , který je ve vodě nerozpustný, odfiltrujeme na Büchnerově nálevce. Po odpojení odsávací baňky od rozvodu centrálního vakuu nalejeme čirý filtrát do čisté kádinky o objemu 250 cm³. Teprve pak promýváme Cr_2O_3 na filtru demineralizovanou 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 BaSO₄). Promytý a dokonale odsátý Cr₂O₃ převrstvíme na filtru při odpojení vakuu 10 cm³ ethylalkoholu, alkohol pak odsajeme a preparát vysušíme v sušárně při teplotě 100 °C.

- Do filtrátu po Cr₂O₃, který obsahuje KAl(SO₄)₂·12H₂O a CuSO₄·5H₂O vhodíme varný kamínek a zahříváním zahustíme roztok na objem asi 80 cm³ (objem odhadneme pomocí měřítka na kádince). V proudu vodovodní vody a pak ve směsi vody a ledu ochladíme filtrát na teplotu 2 – 3 °C a při této teplotě směs v kádince mícháme 3 - 5 minut tyčinkou. Vyloučené krystaly KAl(SO₄)₂·12H₂O odfiltrujeme na fritě a pomocí tyčinky vymačkáme z krystalů při nepřerušném odsávání pokud možno veškerý matečný louh. Odpojíme odsávací baňku od rozvodu vakua a filtrát, který vedle menšího množství KAl(SO₄)₂·12H₂O obsahuje CuSO₄·5H₂O, nalejeme do čisté kádinky o objemu 150 cm³. Krystaly KAl(SO₄)₂·12H₂O převrstvíme na fritě při odpojení vakuu minimálním množstvím studené (0 – 2 °C) vody tak, aby všechny krystaly byly pod vodou, směs na fritě promícháme tyčinkou a vzniklý roztok po připojení rozvodu vakua na odsávací baňku odsajeme. Tímto způsobem odstraníme z krystalů KAl(SO₄)₂·12H₂O zbytky matečného louhu. Za nepřerušného odsávání vymačkáme z krystalů KAl(SO₄)₂·12H₂O pomocí tyčinky zbytky roztoku. Odpojíme rozvod vakua, krystaly na fritě promícháme s 20 cm³ ethanolu a ethanol pak odsajeme. KAl(SO₄)₂·12H₂O sušíme na kousku filtračního papíru při laboratorní teplotě.
- Do filtrátu po KAl(SO₄)₂·12H₂O vhodíme varný kamínek a roztok dále zahustíme na objem asi 40 cm³. Zahuštěný roztok ochladíme za současného intenzivního míchání na teplotu 20 °C a vyloučený CuSO₄·5H₂O odfiltrujeme na fritě. Filtrát nalijeme do nádoby označené "Zbytky po krystalizaci" a pak teprve promyjeme krystaly CuSO₄·5H₂O na fritě ethanolem (**krystaly CuSO₄·5H₂O nepromývejte vodou**). Po dokonalém odsátí vysušíme CuSO₄·5H₂O rovněž při laboratorní teplotě.

Vyhodnocení

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

Navážka, g			Množství vyizolovaných sloučenin					
Cr ₂ O ₃	kamenec	CuSO ₄ ·5H ₂ O	Cr ₂ O ₃		kamenec		CuSO ₄ ·5H ₂ O	
			(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
		Max. teor. množství						
		Skutečně získané						

Úloha č. 4:

DESTILACE KYSELINY CHLOROVODÍKOVÉ

Úvod

Chlorovodík s vodou tvoří podobně jako jiné kyseliny tzv. azeotropickou směs s maximální teplotou varu. Při destilaci kyseliny chlorovodíkové (tzn. roztoku HCl ve vodě) jejíž koncentrace je nižší než koncentrace azeotropické směsi, dochází v důsledku oddestilování zředěné kyseliny chlorovodíkové k postupnému zvyšování koncentrace HCl v destilovaném roztoku a v okamžiku, kdy koncentrace HCl dosáhne hodnoty rovné koncentraci HCl v azeotropické směsi, začne destilovat tato azeotropická směs. K obdobnému jevu dochází při destilaci kyseliny chlorovodíkové, v níž je koncentrace HCl vyšší než v azeotropické směsi.

Úkol

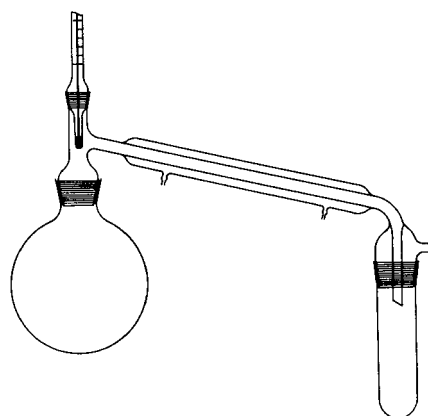
- destilujte roztok HCl a sledujte vzrůstající koncentraci HCl v destilátu pomocí alkalimetrické titrace
- stanovte přesnou koncentraci (faktor) odměrného roztoku NaOH

Pracovní postup

a) Destilace kyseliny chlorovodíkové:

Sestavíme zábrusovou destilační aparaturu pro destilaci za normálního tlaku. Do destilační baňky nalejeme pomocí nálevky 110 cm³ koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 170 cm³ vody. Přidáním varného kamínku zabráníme utajenému varu destilované kapaliny. Pustíme vodu do chladiče a destilační baňku začneme zahřívat přes azbestovou síťku kahanem.

Prvních 10 cm³ destilátu, které jsme zachytili v odměrném válci, vylejeme do výlevky. Nyní budeme postupně do **suchých** zábrusových zkumavek, na nichž je vyznačen objem 30 cm³, jímat po 30 cm³ destilátu (destiláty č. 1 až 7). Zkumavky uchytíme na alonž pomocí gumičky nebo svorky. Koncentraci HCl v destilátech 1, 3, 5 a 7 stanovíme alkalimetrickou titrací. Titrace budeme provádět průběžně mezitím, než nadeštiluje 30 cm³ dalšího destilátu.



b) Stanovení koncentrace HCl alkalimetrickou titrací:

20 cm³ destilátu napipetujeme do 100 cm³ odměrné baňky vypláchnuté destilovanou vodou (do pipety lze nasávat pomocí injekční stříkačky), po doplnění baňky demineralizovanou vodou po značku baňku uzátujeme a roztok v baňce důkladně promícháme. Nyní napipetujeme do tří titračních baňek (vypláchnutých demineralizovanou vodou) po 10 cm³ připraveného roztoku, přidáme 3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme 0,5 M roztokem NaOH. Pod titrační baňku položíme bílou podložku. V ekvivalentním bodě zbarví jediná kapka louhu roztok v baňce červeně. Z průměrné spotřeby louhu na tři titrace vypočítáme molární koncentraci HCl v destilátu:

$$[\text{HCl}] = \frac{s \cdot f \cdot 0,5 \cdot 10}{20}$$

s = průměrná spotřeba 0,5 M roztoku NaOH na titraci

f = faktor 0,5 M roztoku NaOH

Tímto způsobem stanovíme koncentraci HCl v destilátech 1, 3, 5 a 7. Po oddestilování destilátu č. 7 přestaneme destilační baňku zahřívat a po vychladnutí stanovíme stejným způsobem koncentraci HCl i v nepředestilovaném zbytku kyseliny. Po skončení práce vymyjeme destilační aparaturu i používané laboratorní sklo destilovanou vodou a zábrusové zkumavky vysušíme v sušárně. K protokolu přiložíme graf nakreslený na milimetrovém papíře, ve kterém vyneseme na osu x číslo destilátu a na osu y zjištěnou molaritu jednotlivých destilátů. Měřítka pro graf: 1M = 25 mm, 1 destilát = 25 mm. V grafu vyznačíme přímkami rovnoběžnými s osou x koncentraci HCl ve zbytku po destilaci a tabelovanou hodnotu koncentrace HCl v azeotropické směsi (6,13 M). Vedle grafu uvedeme tabulku naměřených a vypočítaných hodnot:

č.	s ₁	s ₂	s ₃	∅ s, cm ³	[HCl], mol l ⁻¹
1					
3					
5					
7					
Z					

s₁, s₂, s₃ - spotřeba 0,5 M roztoku NaOH na jednotlivé titrace
 ∅ s - průměrná spotřeba 0,5 M roztoku NaOH na titraci určité frakce
 Z - nepředestilovaný zbytek kyseliny chlorovodíkové

c) Stanovení faktoru 0,5 M roztoku NaOH:

Roztok NaOH o přesné koncentraci (např. 1 M, 0,1 M) 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 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 mol.l⁻¹ · 1,1234 = 0,1123 mol.l⁻¹.

Příprava přibližně 0,25 M roztoku kyseliny šťavelové:

Na analytických vahách zvážíme lodičku a na ní pak 3,1 až 3,2 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.

Faktorizace 0,5 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 20,0 cm³ připraveného standardního roztoku (COOH)₂ (pipetu nejprve roztokem propláchneme), přidáme 2 - 3 kapky roztoku fenolftaleinu a titrujeme louhem z byrety za stálého promíchávání roztokem v baňce do růžového 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 (∅ s). Na základě stechiometrie neutralizační reakce mezi kyselinou šťavelovou a hydroxidem sodným pak vypočítáme přesnou koncentraci a faktor 0,5 M roztoku NaOH a naměřené a vypočtené hodnoty uvedeme v protokolu do tabulky:

Navážka, g (COOH) ₂ .2H ₂ O	Přesná koncentrace c _M (COOH) ₂ .2H ₂ O	s ₁	s ₂	s ₃	∅ s, cm ³	f _{0,5 M NaOH}

Poznámka:

Při pečlivé práci se spotřeba 0,5 M roztoku NaOH na jednotlivé titrace téhož roztoku neliší více než o ± 0,1 cm³. Pokud by se spotřeby louhu na titrace určitého destilátu nebo zbytku po destilaci (viz bod b) lišily více, proveďte další titraci (titrace) téhož roztoku připraveného z tohoto destilátu a pro výpočet ∅s použijte tří nejméně rozdílných spotřeb.