

Laboratorní řád

1. 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.).
2. Každý posluchač musí mít vlastní **přezůvky a pracovní plášť** a je povinen po celou dobu cvičení používat **ochranné brýle**, případně další předepsané ochranné pomůcky (štít, rukavice apod.).
3. 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.
4. K vlastnímu provedení úlohy přistoupí posluchač až po kontrole aparatury učitelem nebo instruktorem. Student nesmí svévolně měnit předepsaný postup práce.
5. Před zahájením práce zkontroluje každý student úplnost vybavení svého pracovního místa. Po skončení práce uvede své pracoviště do původního stavu a předá jej instruktorovi nebo učiteli. Všechny závady a nedostatky ve vybavení zjištěné před zahájením práce nebo v jejím průběhu neprodleně hlásí vedoucímu cvičení.
6. V laboratoři je **zakázáno jíst, pít a kouřit**. Zakázáno je též použití laboratorního nádobí k přechovávání potravin.
7. Chemikálie je zakázáno brát nechráněnou rukou; 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.
8. Před zahájením práce v laboratoři by měl student vedoucího informovat o svých zdravotních problémech, které by jej případně mohly ohrozit při práci v laboratoři (epilepsie, astma, těžší formy alergie). Podobně je potřeba pedagogický dozor ihned informovat o všech poraněních a změnách zdravotního stavu, jako je bolest hlavy, hučení v uších apod.
9. 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).
10. Při destilaci hořlavin je nezbytné z okolí předem odstranit zásobní lahve s hořlavinami a jiné chemikálie do bezpečné vzdálenosti a v okolí vypnout všechny zdroje plamene (např. kahany, plamínek průtokového ohříváče apod.). **Nádoby s hořlavinami je zakázáno zahřívat přímým plamenem (i na síťce)**. Pro

zahřívání hořlavin je třeba používat vodní či jiné lázně nebo topná hnízda. Před započítím destilace 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.

11. Pokud se k zahřívání používá olejová lázeň, musí se její teplota udržovat pod bodem vznícení použitého oleje. Z tohoto důvodu musí být vždy v olejové lázni umístěn teploměr. Vnikne-li do olejové lázně voda, je třeba přerušit zahřívání a lázeň okamžitě vyměnit.
12. Připravené látky se musí skladovat v řádně označených nádobkách. Štítek musí obsahovat název látky, vzorec, množství, jméno studenta a datum přípravy vzorku.
13. Roztoky solí těžkých kovů, organická rozpouštědla jiná než ethanol, 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.
14. Rozbití kusu laboratorního skla hlásí student pedagogickému dozoru v laboratoři, který zhodnotí, zda je možno tento kus opravit nebo bude studentu určen k náhradě. **Skleněné střepy** musí být odkládány do nádob zvlášť k tomu určených. Porcelánové střepy se nesmí míchat se skleněnými odpady.
15. Použité filtry a jiný pevný odpad se ukládá do nádob k tomuto účelu určených.
16. Po skončení práce je třeba dobře očistit pracovní stoly, digestoře a další použitá pracovní místa od zbytků chemikálií a **zkontrolovat uzavření plynu, vody a vypnutí všech elektrických spotřebičů**. Rovněž je třeba zkontrolovat, zda jsou uzavřeny a uloženy na patřičné místo nádoby s chemikáliemi. Před odchodem předá student pracoviště instruktorovi nebo vedoucímu cvičení.
17. Práce v chemické laboratoři je zakázána těhotným ženám a matkám do konce 9. měsíce po porodu. Posluchačka je proto povinna studijnímu oddělení děkánátu a vedoucímu cvičení oznámit graviditu a návštěvu praktika přerušit.

Pokyny pro vedení laboratorního deníku

Zápisy v laboratorním deníku musí obsahovat následující prvky a vyhovovat níže uvedeným podmínkám:

Všeobecné požadavky

1. Používejte výhradně sešit formátu A4. Volné listy v kroužkové nebo jiné vazbě nejsou povoleny.

2. Pište čitelně. Laboratorní deníky s nečitelnými záznamy budou vráceny k přepracování.
3. Přípravu na úlohu, pozorování a závěry pište stručně, logicky a věcně. Neopisujte doslovně návody.
4. Každá úloha musí začínat na nové stránce.
5. Pokud má úloha více částí a některé z nich (většinou analytická stanovení) budete provádět ve více cvičeních, vynechejte si potřebný počet stran na zápisy. Rozpis úloh naleznete na tabuli před laboratoří nebo v Informačním systému MU.
6. Před zahájením každého cvičení předložte laboratorní deník ke kontrole vedoucímu cvičení. Musí v něm být vypracována příprava na úlohu daného cvičení.

Struktura zápisů v laboratorním deníku

Na stránku předcházející samotným úlohám zkopírujte dvě tabulky s fyzikálně-chemickými vlastnostmi rozpouštědel a roztoků kyselin a zásad, kterou najdete na straně 20. Tabulku doplňte.

1. Datum konání cvičení.
2. Číslo a název úlohy. Uvádějte číslo úlohy podle skript a ne pořadové číslo daného cvičení v semestru.
3. Vypište nebezpečné látky použité v úloze a jejich vlastnosti (jedy, hořlaviny, karcinogeny).
4. Princip. Popište stručně a výstižně, na jakém chemickém principu je založena daná úloha, klasifikujte typ chemické reakce. Pokud při vypracovávání úlohy postupujete podle chemické rovnice (např. titrace, důkaz), je vždy nutné uvést vyčíslené rovnice (pozor na koeficienty, počet molekul vody v hydrátech).
5. V přehledné tabulce uveďte molární hmotnosti použitých látek, hustoty kapalin, indexy lomu, teploty varu, koncentrace použitých roztoků.
6. Přípravné výpočty. Uveďte zde všechny výpočty, které je nutno provést před zahájením práce na úloze, např. výpočet navážky výchozích látek pro reakci, příprava roztoku určité koncentrace, ředění koncentrovaných kyselin, určení limitujícího reagentu, teoretický výtěžek v gramech a %, atd. Jsou-li součástí úlohy analytická stanovení, například titrace, pak je nutné zde uvést jejich rovnice, proč budou použity a o jaký typ stanovení se jedná, koncentrace a faktor odměrného činidla, ekvivalent, výpočet navážky pro titraci.
7. Postup popište stručně až heslovitě (může být i stylem osnovy nebo vývojového diagramu), ale musí mít logickou strukturu.

8. Zápis v laboratorním deníku musí také obsahovat pozorování, jehož součástí by měly být výpočty a výsledky. Nejčastější výpočet se bude týkat praktického výtěžku preparace, přesto vždy 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.
9. Výsledky kontroly čistoty preparátů, teploty tání. Tabulky spotřeby odměrného činidla na titrace a výsledků.
10. Odpovědi na doplňující otázky.

Pokyny pro vypracování protokolu a jeho obsah

Protokol podává přehlednou formou zprávu o vykonané práci a jejích výsledcích. Protokol by měl obsahovat následující části:

1. Hlavičku, která obsahuje číslo a název úlohy, datum a jméno studenta.
2. Chemickou rovnici nebo mechanismus reakce.
3. Shrnutí pracovního postupu. V tomto bodě není potřeba doslovně opisovat návod se všemi detaily, důležité je zmínit **posloupnost nejdůležitějších operací**, které byly provedeny při přípravě produktu. Navážky, množství činidel a přesné časové údaje mohou být vynechány.
4. Přehledné shrnutí výsledků (výtěžek produktu, jeho fyzikálně-chemické charakteristiky, výsledky analýz), nejlépe formou tabulky.
5. Závěr, ve kterém student samostatně zhodnotí svou práci a její výsledky (množství produktu, jeho čistota, srovnání naměřených fyzikálně-chemických charakteristik s tabelovanými hodnotami).

Podmínky pro úspěšné absolvování laboratorního cvičení

1. Laboratorní cvičení probíhá každý týden. Přípravenost každého posluchače na příslušnou úlohu laboratorního cvičení je kontrolována před zahájením cvičení krátkým písemným testem nebo ústním přezkoušením. **Pokud student prokáže svou nepřipravenost, nebude mu umožněno ve cvičení pokračovat a bude jej muset dokončit v termínu určeném pro nahrazování.**
2. Všechny rovnice a výpočty pro danou úlohu musí mít posluchači připraveny v laboratorním deníku před zahájením cvičení.
3. Vypracování všech úloh dle rozpisu – zameškaná cvičení musí být do pěti dnů řádně omluvena prostřednictvím Informačního systému MU a u vyučujícího.

Nahrazování zameškaných úloh se bude konat ve zkuškovém období, **za semestr lze nahrazovat maximálně 2 cvičení.**

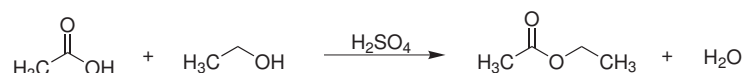
4. Znalosti principů všech procvičených úloh a vlastností připravených látek. Bezchybná znalost těchto výpočtů: stechiometrické výpočty, příprava, ředění a směšování roztoků, výpočet obsahu prvku ve sloučenině (teoretický i z výsledků analýzy), výpočet čistoty látky z výsledku analýzy.
5. Znalost názvosloví, struktury a základních chemických a fyzikálních vlastností (reaktivita, rozpustnost, barva) všech ve cvičení používaných a připravených sloučenin.
6. Podmínky pro zápočet jsou:
 - Odevzdání všech preparátů v dostatečném množství a čistotě.
 - Úplné a pečlivé zápisy v laboratorním deníku o provedených reakcích a experimentech včetně výpočtů (všechny výtěžky, výsledky analýz, výsledky vlastních pozorování, závěry) a odevzdání protokolů ke všem úlohám. Bude důsledně vyžadováno, aby získané výsledky byly do laboratorního deníku doplňovány průběžně (do příštího cvičení) a ne až na konci semestru.
 - Úspěšné absolvování závěrečného testu, který ověří znalosti laboratorní techniky, principů úloh a výpočtů.
 - Úhrada rozbitého skla a laboratorních pomůcek. Potvrzení o zaplacení vydá sekretářka Ústavu chemie.

Vzorová ukázka zpracování přípravy v laboratorním deníku a protokolu

Návod k úloze:

Příprava ethyl-acetátu

Reakce:



Postup:

Do baňky o objemu 100 cm³ nalijeme **0,1 mol** ethanolu a **6 cm³** koncentrované kyseliny sírové. Baňku ponoříme do olejové lázně a postavíme destilační aparaturu se zábrusy NZ 29/32. Na baňku nasadíme Claisenův nástavec opatřený sestupným chladičem, na nástavec dále nasadíme zábrusové jádro, přes jehož konec je přetažen kousek ustřížené pryžové hadice. Zábrusovým jádrem zavedeme do destilační baňky prodlouženou trubici příkapávací nálevky tak, aby její konec zasahoval pod hladinu kapaliny v baňce. Pryžová hadice by měla přilnout ke stěně trubice příkapávačky a zajistit tak těsnost spoje. Po sestavení aparatury začneme lázeň vyhřívat na **140 °C**. Mezitím si připravíme esterifikační směs složenou z **0,9 mol** ethanolu a **1 mol** kyseliny octové. Z dělicí nálevky nejdříve přidáme v jedné dávce **5 cm³** této směsi a zbytek esterifikační směsi přidáváme tak rychle, jak rychle destiluje vznikající ester. Surový ester protřepeme třikrát **20 cm³** 15% roztoku uhličitanu sodného, až se již neuvolňují bublinky plynu (**pozor na vyražení špuntu dělicí nálevky během protřepávání**). Pak následuje protřepání produktu s **20 cm³** nasyceného roztoku chloridu vápenatého a jeho vysušení bezvodým chloridem vápenatým. Surový produkt predestilujeme za použití aparatury s NZ 14/23 zábrusy. Sledujeme a zapisujeme teplotní průběh destilace. Stanovíme výtěžek, změříme index lomu a produkt analyzujeme pomocí plynové chromatografie.

Doplňující otázky:

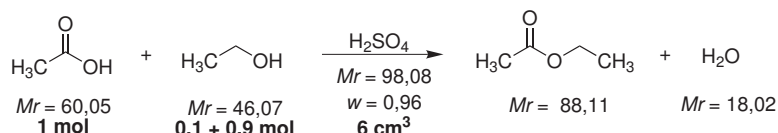
1. Proč promýváme surový ester nejprve roztokem uhličitanu sodného, potom nasyceným roztokem chloridu vápenatého?
2. Proč se esterifikační směs musí do reakční baňky příkapávat?
3. Jaký účel má vydestilování vzniklého esteru z reakční směsi?

Vzorový zápis v laboratorním deníku:

Ethyl-acetát

Datum: 1. února 2012

Ethyl-acetát připravíme kyselé katalyzovanou esterifikací kyseliny octové ethanolem:



Tabelované fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka	$t.t./^\circ\text{C}$	$t.v./^\circ\text{C}$	$\rho^{20}/\text{g cm}^{-3}$	n_{D}^{20}
Ethanol	–	78,5	0,7893	1,3611
Kyselina octová	–	118,5	1,0491	1,3721
Ethyl-acetát	–	77,1	0,9005	1,3724

Kyselina octová – způsobuje těžké poleptání; **kyselina sírová** – způsobuje těžké poleptání; **ethyl-acetát** – hořlavina, **ethanol** – hořlavina.

Výpočty:

Ethanol:

$$\begin{aligned} m_1 &= n_1 \cdot M(\text{EtOH}) = 0,1 \cdot 46,07 = \mathbf{4,61 \text{ g}} & V_1 &= m_1/\rho(\text{EtOH}) = \mathbf{5,8 \text{ cm}^3} \\ m_2 &= n_2 \cdot M(\text{EtOH}) = 0,9 \cdot 46,07 = \mathbf{41,46 \text{ g}} & V_1 &= m_2/\rho(\text{EtOH}) = \mathbf{52,5 \text{ cm}^3} \end{aligned}$$

Kyselina octová:

$$m = n \cdot M(\text{AcOH}) = 1 \cdot 60,05 = \mathbf{60,05 \text{ g}} \quad V = m/\rho(\text{AcOH}) = \mathbf{57,2 \text{ cm}^3}$$

Teoretický výtěžek produktu:

$$m = n \cdot M(\text{AcOEt}) = 1 \cdot 88,11 = \mathbf{88,11 \text{ g}}$$

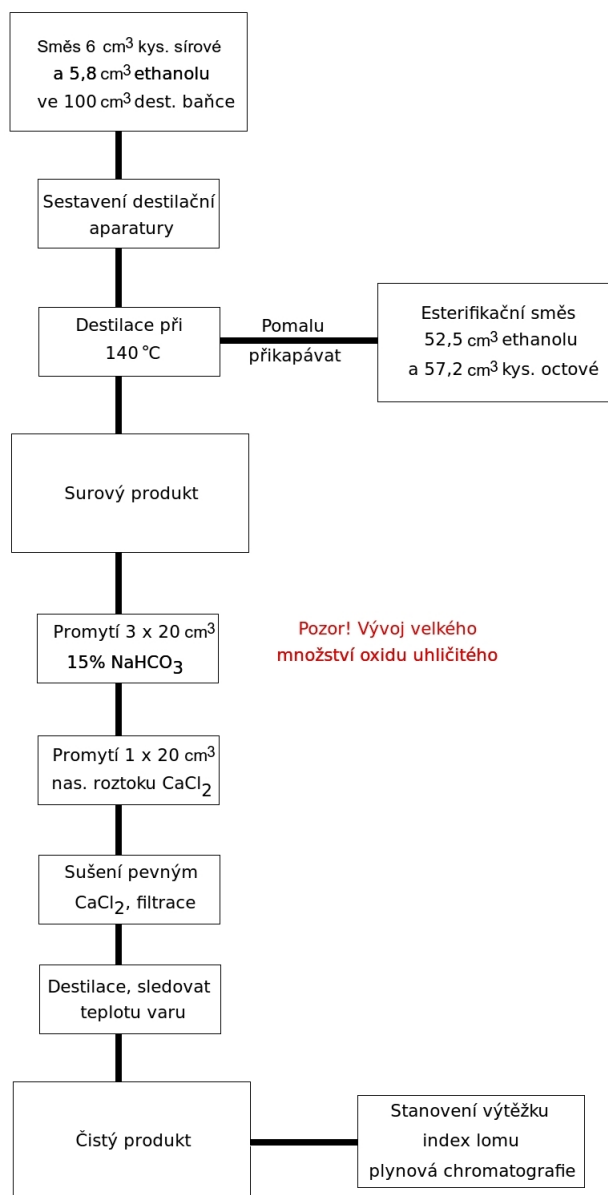
Odpovědi na doplňující otázky:

- Surový produkt je znečištěn nezreagovanou kyselinou octovou a ethanolem. Promytím surového produktu roztokem Na_2CO_3 odstraníme kyselinu octovou, nasycený roztok CaCl_2 na sebe váže ethanol.
- Kdybychom přidali esterifikační směs najednou do destilační baňky s kyselinou sírovou, došlo by k velkému naředění kyseliny a tak i k poklesu její katalytické účinnosti, což by vedlo k vydestilování výchozích látek bez jejich přeměny na ethyl-acetát. Koncentrovaná kyselina sírová má také dehydratační účinky,

čímž může přispívat k posunu reakční rovnováhy v žádoucím směru. Zředěním tato její schopnost klesne. Objem esterifikační směsi je také větší než objem destilační baňky, tudíž by se do ní ani nevešla.

3. Kyselé katalyzovaná esterifikace karboxylové kyseliny alkoholem je rovnovážná reakce, u které není výrazně posunuta rovnováha ve prospěch produktů. Odstraňováním produktu z reakční směsi rovnováhu posouváme žádoucím směrem.

Postup:



Pozorování:

- Při prvním promývání surového esteru roztokem uhličitanu sodného v dělicí nálevce došlo tlakem vzniklého CO_2 k vyražení zátky a vylití části směsi obsahující produkt.
- Teplota par při destilaci vysušeného ethyl-acetátu se pohybovala v rozmezí 75 až 77 °C.
- Výtěžek čistého ethyl-acetátu je 47,5 g (53 %).
- Stanovený index lomu: 1,3738.
- Plynová chromatografie předestilovaného produktu ukázala přítomnost pěti látek ve směsi: ethyl-acetát ($t_r = 3,16$ min, 97,5 %), ethanol ($t_r = 2,29$ min, 1,6 %), diethylether ($t_r = 2,43$ min, 0,7 %) a jednu neidentifikovanou nečistotu ($t_r = 3,76$ min, 0,2 %). Kyselina octová nebyla v produktu pomocí GC nalezena.

Vzorový protokol:

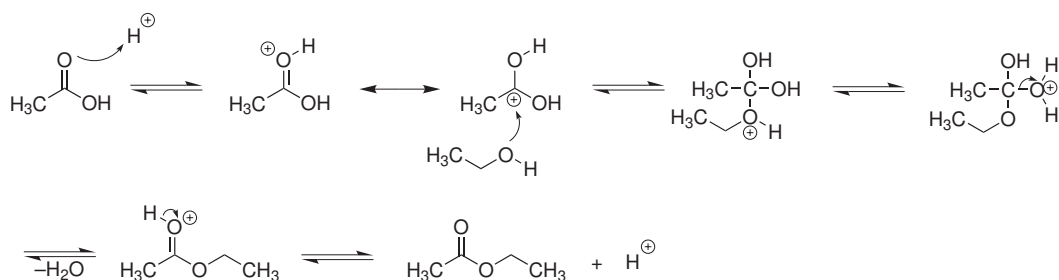
Ethyl-acetát

Jméno:

Hodnocení:

Datum: 1. února 2012

Reakce:



Postup:

1. Sestavil jsem destilační aparaturu, do destilační baňky jsem nalil směs koncentrované kyseliny sírové (katalyzátor reakce) a část ethanolu. Baňku jsem v olejové lázni zahřál na 140°C a do baňky jsem přikapával směs kyseliny octové a ethanolu. Rychlost přidávání směsi odpovídala přibližně rychlosti destilace produktu z baňky.
2. Surový produkt jsem postupně promyl 15% roztokem Na_2CO_3 , nasyceným roztokem CaCl_2 a produkt jsem v baňce vysušil pevným bezvodým CaCl_2 .
3. Po vysušení jsem produkt destiloval a zaznamenal jsem teplotu varu produktu. Stanovil jsem výtěžek čistého produktu, stanovil index lomu a čistotu produktu jsem ověřil pomocí plynové chromatografie.

Výsledky:

Výtěžek			$t.v./^\circ\text{C}$	n_{D}^{20}
Teoretický	Praktický	%		
88,11 g	47,50 g	53 %	75–77	1,3710

Závěr:

Kyselou katalyzovanou esterifikací kyseliny octové ethanolem jsem připravil 47,5 g ethyl-acetátu, což představuje 53 % teoretického výtěžku. Ethyl-acetát je těkavá kapalina intenzivního zápachu. Identita produktu byla potvrzena stanovením indexu lomu, teploty varu a srovnáním retenčních časů produktu a standardu na plynovém

chromatografu. Hodnota indexu lomu se nepatrně odchyluje od tabelované hodnoty, což může být způsobeno použitím polychromatického světla při jeho měření nebo přítomností nečistot. Přiložený chromatogram také ukazuje obsah nečistot v produktu (méně než 2,5 %), mezi nečistotami byl na základě retenčních časů identifikován ethanol a diethylether.

Ke snížení výtěžku přispěl neúplný průběh reakce (při promývání surového produktu roztokem uhličitanu sodného docházelo k intenzívnímu vývoji oxidu uhličitého, což naznačuje přítomnost nezreagované kyseliny octové), ztráta části produktu při prvním promývání roztokem uhličitanu sodného a následné čisticí operace (promývání, sušení a destilace).

Návody k úlohám

Vlastnosti rozpouštědel

Látka	Vzorec	$M/\text{g mol}^{-1}$	$t.v./^{\circ}\text{C}$	$\rho^{20}/\text{g cm}^{-3}$	n_{D}^{20}
Aceton					
Cyklohexan					
Diethylether					
Dichlormethan					
Dimethylsulfoxid					
Ethanol					
<i>n</i> -Hexan					
Methanol					
Petrolether			40–60		
Toluen					

Hustoty a koncentrace vodných roztoků

Látka	w	$\rho/\text{g cm}^{-3}$	$c/\text{mol dm}^{-3}$
H ₂ SO ₄	0,96		
	0,60		
HNO ₃	0,65		
HCl	0,35		
NH ₃	0,25		
	0,10		
H ₂ O ₂	0,30		
	0,06		

Příprava hydrogensíranu draselného

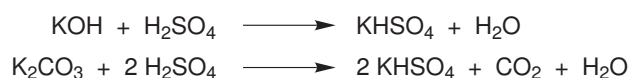
Reakce:

Neutralizační reakce jsou jedním z nejběžnějších způsobů přípravy solí. Ve vodném roztoku kyselin a zásad dochází v menší (slabé kyseliny a zásady) či větší míře (silné kyseliny a zásady) k jejich disociaci na oxoniové kationty a hydroxidové anionty. Pokud zároveň nevzniká nerozpustná sůl, pak nejdůležitější rovnovážný proces ve vzniklém roztoku je určen iontovým součinem vody ($K_V = [\text{H}_3\text{O}^+]\cdot[\text{OH}^-] = 10^{-14}$). Proto podstatou neutralizace kyseliny zásadou není přímá interakce např. K^+ s HSO_4^- , ale vždy párování H_3O^+ a OH^- za vzniku dvou molekul vody tak, aby byla zachována zmíněná rovnováha mezi disociovanými a nedisociovanými molekulami vody. O tom svědčí i tepelná zabarvení různých neutralizačních reakcí, která jsou prakticky shodná (cca -57 kJ mol^{-1} při 25°C) a odpovídají tvorbě molekul vody z iontů. K požadované soli pak dospějeme teprve její izolací z vodného roztoku, tedy krystalizací po jeho zahuštění, ochlazení nebo srážení organickým rozpouštědlem, v němž je sůl málo rozpustná.

Reagující zásadou nemusí být nutně pouze hydroxid, může se jednat o sloučeninu, která po rozpuštění ve vodě OH^- ionty poskytuje teprve druhotně, reakcí s vodou. Příkladem je např. uhličitan draselný, který ve své struktuře sice hydroxidové ionty neobsahuje, nicméně v důsledku hydrolyzy aniontů CO_3^{2-} se OH^- v roztoku objeví. Podobným příkladem sloučenin, které při reakci s vodou generují OH^- , mohou být některé zásadité oxidy, iontové hydridy, nebo organické baze.

Neutralizační reakce mají význam rovněž v kvantitativní analytické chemii, kde se využívají v odměrné (volumetrické) analýze při acidobazických titracích. Při stanovování koncentrace kyselin se používá vodný roztok NaOH o známé molární koncentraci a z jeho spotřeby lze pak vypočítat látkové množství, resp. molaritu stanovované kyseliny. Nejdůležitější je zachycení tzv. ekvivalenčního bodu při titraci, tedy objemu roztoku NaOH , který způsobí přesně vyrovnaní látkových množství H_3O^+ a OH^- v titrační baňce. Ekvivalenci lze určit buď vizuálně – na základě změny zbarvení acidobazického indikátoru nebo elektrochemicky – pomocí pH -metru. Je však třeba si uvědomit, že bod ekvivalence nemusí nutně odpovídat neutrálnímu roztoku po titraci ($\text{pH} = 7$) a záleží na tom, zda titrujeme slabou či silnou kyselinu. K neutrálnímu roztoku v bodě ekvivalence dospějeme pouze při stanovení silných kyselin, zatímco při titraci slabých kyselin z nich vzniklé soli způsobí zvýšení pH v důsledku hydrolyzy. S ohledem na očekávané pH finálního roztoku je třeba při vizuálně kontrolované titraci volit indikátor tak, aby jeho barevná změna nastávala právě v blízkosti tohoto pH . V případě vícenásobných kyselin přirozeně existuje několik ekvivalenčních bodů odpovídajících neutralizaci kyseliny do prvního, druhého, popř. dalších stupňů.

Čistý hydrogensíran draselný připravíme krystalizací z roztoků, které vzniknou reakcí hydroxidu nebo uhličitanu draselného s nadbytkem kyseliny sírové:



Postup:

V kádince o objemu 600 cm^3 rozpustíme **15,0 g** K_2CO_3 v **15 cm³** vody a za stálého míchání přilejeme po malých dávkách dvojnásobek vypočítaného množství 60% roztoku H_2SO_4 . Obsah kádinky přitom silně kypí a zahřeje se téměř k varu. Po skončené reakci reaguje roztok silně kyselé. Přelijeme jej do kádinky (150 cm^3), ochladíme vodou a potom směsí voda + led na teplotu **0–2 °C**. Roztok ponecháme v ledové lázni minimálně **20 minut**. Vyloučený KHSO_4 odfiltrujeme na fritě a po důkladném odsátí a vymačkání matečného roztoku odlijeme filtrát do čisté kádinky k dalšímu zpracování. Potom promyjeme krystaly KHSO_4 postupně ledovou vodou a dvakrát ethylalkoholem. Při **odpojené vývěvě** převrstvíme krystaly na fritě takovou vrstvou kapaliny, aby výška jejího sloupce byla přibližně rovna výšce filtračního koláče, směs rychle promícháme tyčinkou a vzniklý roztok ihned odsajeme. Dokonale odsáté krystaly KHSO_4 necháme vyschnout v otevřené nádobce, např. Petriho misce, v horkovzdušné sušárně při **100 °C**. K matečnému roztoku, který jsme před **promýváním krystalů** KHSO_4 přelili z odsávací baňky do kádinky, za míchání přilijeme **80 cm³** ethanolu a vysrážíme druhou frakci KHSO_4 , kterou opět odfiltrujeme, promyjeme a vysušíme, ale nebudeme ji mísit s první frakcí.

Kontrola čistoty:

Kontrolu čistoty KHSO_4 provedeme alkalimetrickou titrací roztoku KHSO_4 roztokem NaOH ($c = 0,1\text{ mol dm}^{-3}$). Na analytických vahách navážíme na lodičku vzorek KHSO_4 , navážku kvantitativně spláchneme přes nálevku vodou ze stříčky do odměrné baňky o objemu 100 cm^3 a roztok v baňce doplníme vodou po značku. Odměrnou baňku zazátkujeme a roztok v baňce promícháme. Na jednotlivá stanovení pipetujeme z připraveného roztoku po 20 cm^3 a titrujeme roztokem NaOH ($0,1\text{ mol dm}^{-3}$) na fenolftalein do vzniku červenofialového zbarvení. Titraci provedeme třikrát. Velikost navážky volíme takovou, aby spotřeba roztoku NaOH o koncentraci $0,1\text{ mol dm}^{-3}$ na titraci 20 cm^3 roztoku KHSO_4 byla v rozmezí **15–20 cm³**. Všechny údaje a výsledky uvedeme do tabulky.

Frakce	Navážka KHSO_4 /g	Faktor roztoku NaOH	Spotřeba roztoku NaOH/cm^3				Obsah KHSO_4 /%
			1	2	3	Průměr	
1							
2							

Vlastnosti:

Hydrogensíran draselný tvoří bezbarvé krystalky s bodem tání 210 °C . Je velmi dobře rozpustný ve vodě, v ethanolu je nerozpustný.

Komentář:

Použití uhličitánů:

Reakci K_2CO_3 s H_2SO_4 obvykle chápeme jako neutralizační reakci kationtů H_3O^+ , vznikajících disociací kyseliny sírové, s anionty OH^- , vznikajícími hydrolyzou uhličitánového anionu. Na druhé straně, lze také hovořit o vytěšňování slabé kyseliny uhličitě z její soli silnou kyselinou sírovou. Zatímco první popis použijeme spíše s ohledem na vznikající sůl ($KHSO_4$), druhou alternativu bychom použili v případě, že by středem našeho zájmu byla příprava slabé kyseliny (H_2CO_3). Nehledě na formální stránku popisu, produkty jsou samozřejmě totožné.

Rozpustnost uhličitánů:

Uhličitany alkalických kovů a Tl(I) se vyznačují značnou rozpustností ve vodě. Uhličitany ostatních kovů, včetně kovů alkalických zemin, jsou málo rozpustné. Proto je lze snadno zbavit nečistot promýváním vodou a zaručit tak čistotu výchozího reaktantu. Z tohoto důvodu bývají využívány i jako mezistupeň při podvojných záměnách (konverzních metodách přípravy solí – viz příprava $CoCl_2 \cdot 6H_2O$).

Promývání:

Poznámka o odpojené vývěvě při promývání krystalů na fritě má značný význam. Postup, kdy student nalévá vodu na krystaly na fritě při připojené vývěvě bez míchání, je naprosto nevhodný, zvláště v případě, kdy preparát je hrubě krystalický a fritá velmi porézní. Tehdy dochází k velmi rychlému odsávání nalévané kapaliny a promývá se pouze úzký sloupec filtračního koláče. Aby promývání bylo skutečně účinné, rozpouštědlo se musí dostat do celého objemu krystalů, což lze zajistit pouze při odpojené vývěvě a promíchání. V praxi lze buď odpojit hadici vodní vývěvy od odsávací baňky, provést promytí a hadici opět nasadit a rozpouštědlo odsát, nebo při připojené vývěvě jednou rukou přidržit fritu nad odsávací baňkou, druhou rukou promýt sraženinu a poté fritu opět vsadit do hrdla odsávačky. Druhý přístup je pravděpodobně vhodnější v případech, kdy sraženina je velmi rozpustná v promývacím rozpouštědle a každé zdržení znamená značné ztráty ve výtěžku.

Srážení:

Srážení ethanolem, pro získání druhé frakce $KHSO_4$, je relativně rychlou a často téměř kvantitativní metodou pro izolaci rozpuštěné soli. Je to obecná separační metoda, kterou lze použít i pro nevodné roztoky a srážená látka rovněž nemusí být solí. Volba srážedla je odvislá od komponent roztoku, z něhož hodláme srážení provést. Srážedlo (a) musí být mísitelné s roztokem, (b) nesmí reagovat se žádnou složkou roztoku a musí srážet požadovaný produkt, tj. produkt v něm nesmí být rozpustný, (c) nemělo by (v ideálním případě) srážet ostatní, vedlejší produkty z roztoku. Prosté smísení srážedla s roztokem vede k tvorbě velmi drobných krystalů. Pokud požadujeme krystaly vyvinutější, je třeba proces mísení roztoku a srážedla zpomalit. Toho lze nejlépe dosáhnout pomalou difuzí kapalného srážedla nebo jeho par.

Doplňující otázky:

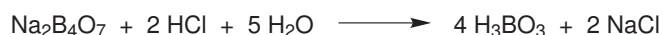
1. Proč je třeba promývat vyloučený $KHSO_4$ ledovou vodou a ethanolem?

2. Proč je třeba použít dvojnásobné množství H_2SO_4 oproti teoretickému?
3. Jakým způsobem se stanovuje přesná koncentrace odměrného roztoku NaOH a jak je určen faktor roztoku?
4. Nakreslete elektronový strukturní (Lewisův) vzorec SO_4^{2-} a CO_3^{2-} .
5. Podle metody VSEPR určete strukturu aniontů SO_4^{2-} a CO_3^{2-} .
6. Uveďte příklady sloučenin, které ve vodě mohou tvořit OH^- ionty, třebaže je ve své struktuře neobsahují. Průběh jejich reakcí s vodou vyjádřete chemickými rovnicemi.
7. Zapište chemickými rovnicemi hydrolyzu hydrogenuhličitanového a uhličitanového anionu.
8. Seřadte následující sloučeniny podle vzůstající kyselosti jejich vodného roztoku: H_2SO_4 , K_2SO_4 , KHSO_4 , KHSO_3 .
9. Nakreslete titrační křivky pro titraci silné kyseliny silnou bazí a slabé kyseliny silnou bazí.
10. Napište vzorce pro výpočet pH silných a slabých kyselin a bazí.
11. Jaké vlastnosti musí mít rozpouštědlo, které používáme pro srážení látky z roztoku? Z následujících kapalin vyberte ty, kterými by zcela jistě nebylo možno nahradit ethanol při srážení KHSO_4 z vodného roztoku a zdůvodněte: aceton, hexan, dichlormethan, methanol.

Příprava kyseliny borité

Reakce:

Kyselinu trihydrogenboritou (orthoboritou) připravíme rozkladem tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (borax) kyselinou chlorovodíkovou, což je typický příklad vytěšňování slabé kyseliny kyselinou silnější:



Postup:

Množství boraxu potřebné pro přípravu **30,0 g** H_3BO_3 rozpustíme v **60,0 cm³** horké vody a roztok ohřátý na **100 °C** za stálého míchání vlijeme do vzniklého roztoku vypočítané množství koncentrovaného roztoku HCl . Ochlazením získaného roztoku vodou a ledovou lázní vykristaluje kyselina trihydrogenboritá. Krystalický produkt odfiltrujeme na Büchnerově nálevce a na filtru z něho důkladně vymačkáme matečný roztok. Získanou kyselinu trihydrogenboritou, přečistíme rekrystalizací z roztoku nasyceného při **80 °C**. H_3BO_3 nasypeme do kádinky, přilijeme **80 cm³** vody, a pokud se veškerá H_3BO_3 při teplotě **80 °C** nerozpustí, přidáváme stříčkou opatrně další vodu. Takto připravený nasycený roztok H_3BO_3 v případě potřeby zfiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka a filtrát ochladíme v ledové lázni na co nejnižší teplotu. Rekrystalovanou H_3BO_3 odfiltrujeme na fritě, opět z ní důkladně vymačkáme tyčinkou s rozšířeným koncem matečný roztok, promyjeme **20 cm³** ethanolu a krystaly na fritě prosáváme po dobu několika minut vzduch.

Produkt uschováme v označené lahvičce do dalšího praktika pro přípravu oxidu boritého a trimethyl-borátu!

Vlastnosti:

H_3BO_3 tvoří bílé průsvitné, na omak mastné šupinkovité krystaly perleťového lesku. Ve studené vodě je málo rozpustná, dobře se rozpouští v horké vodě, její vodné roztoky působí mírně antisepticky (borová voda).

Komentář:

Kyselina trihydrogenboritá je konečným produktem hydrolýzy většiny sloučenin boru. Jedná se o velmi slabou jednosytnou kyselinu ($\text{p}K_{\text{a}} = 9,25$), která působí výhradně jako akceptor hydroxidového aniontu OH^- :



Kyselost jejich vodných roztoků se však podstatně zvýší tvorbou komplexů (chelátů) s vícesytnými alkoholy např. s glycerinem, mannitem apod., což umožňuje její alkalimetrické stanovení ($\text{p}K_{\text{a}}$ chelátu s mannitem má hodnotu 5,15).

Doplňující otázky:

1. Nakreslete strukturní vzorec aniontu, jenž je přítomen v boraxu.
2. Co jsou to boraxové perličky?
3. Jak reaguje vodný roztok boraxu (kysele, alkalicky, neutrálně)? Zdůvodněte.
4. Uveďte, které další kyseliny obvykle připravujeme vytěsněním silnější kyselinou z jejich solí a jednotlivé přípravy zapište rovnicemi.
5. Vysvětlete, proč na závěr preparace promýváme získanou kyselinu trihydrogenboritou ethanolem?
6. Jaké nečistoty můžeme nalézt v připravené kyselině trihydrogenborité?
7. Uveďte správný postup promývání sloučeniny na fritě, popište jednotlivé kroky.
8. Jaký je konečný produkt reakce oxidu fosforečného s vodou?
9. Zapište chemickou rovnicí reakci oxidu lithného s vodou.
10. Určete typ hybridizace atomu boru v H_3BO_3 ?