

Pracovní sešit z laboratorní techniky

Mgr. Jaroslava Opatrná

SZŠ a VOŠZ Plzeň

OBSAH

1. BEZPEČNOST PRÁCE V CHEMICKÉ LABORATOŘI....	3
2.LABORATORNÍ SKLO, PORCELÁN A OSTATNÍ MATERIÁL	13
3. VÁHY A VÁŽENÍ.....	21
4. ODMĚRNÉ SKLO A PRÁCE S NÍM	26
5. DEKANTACE, CENTRIFUGACE	35
6. ZAHŘÍVÁNÍ.....	38
7. CHLAZENÍ.....	41
8. TEPLoměRY.....	42
9. SUŠENÍ.....	44
10. ODPAŘOVÁNÍ	49
11. ROZPOUŠTĚNÍ LÁTEK, ROZTOKY	51
12. ROZPUSTNOST LÁTEK.....	52
13. SLOŽENÍ ROZTOKŮ.....	53
14. ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY – FILTRACE.....	54
15. ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY – SUBLIMACE.....	56
16. ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY – KRYSTALIZACE.....	58
17. ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY – EXTRAKCE.....	59
18. ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY – DESTILACE	61
19. MIKROSKOPIE.....	66
PŘÍLOHA – tabulky hustot látek.....	68

1. Bezpečnost práce v chemické laboratoři

Pravidla bezpečnosti práce

Bezpečnostní předpisy pro práci v chemické laboratoři vycházejí z československé státní normy ČSN 01 80 03.

Podle této normy musí být každá chemická laboratoř vybavena:

- a) vhodným zařízením odpovídajícím pracím, které se v ní provádějí,
 - b) instalací (elektrina, voda, plyn),
 - c) pracovními stoly,
 - d) digestořemi – pro odsávání agresivních plynů.
- Východy z laboratoří musí zůstat volné.

Každá laboratoř musí být vybavena ochrannými pracovními pomůckami

V blízkosti laboratoře musí být snadno přístupný hlavní uzávěr plynu, vody a elektřiny.

Práce s chemickými látkami:

- Pro práci s chemickými látkami platí řada předpisů a nařízení (Zákon č. 350/ 2011 Sb., ve znění pozdějších předpisů) s prováděcí vyhláškou č.402/ 2011Sb. Látky se klasifikují, označují a balí podle nařízení CLP.
- látky škodlivé zdraví nesmí přicházet do styku s pokožkou, sliznicemi, dýchacím a zažívacím ústrojím,
- k odběru tuhých látek se používají laboratorní lžice,
- kapaliny se odměňují odměrnými válci, pipetami a dalším odměrným nádobím,
- s dýmavými látkami se pracuje v digestoři,
- při manipulaci s látkami v otevřené nádobě (zkumavky, kádinky) musí být ústí nádoby odvráceno od manipulující osoby i spolupracovníků,
- látky, které se při rozpouštění zahřívají, se musí rozpouštět pomalu za míchání a chlazení,
- při zahřívání většina kapalin vystřikuje (utajený var), proto se do nich vhazuje malý kousek inertního porézního materiálu (porcelán, sklo aj.).

Práce s kyselinami

Vysoce toxické látky

Hořlaviny a jejich rozdělení

Hořlaviny se do r. 1998 dělily podle skupenství do tří tříd na pevné, kapalné a plynné.

Důležitou charakteristikou hořlavé látky byla **teplota vzplanutí**, tj. nejnižší teplota, na kterou musí být látka zahřáta, aby při přiblížení k plameni vzplanula.

Kapalné hořlaviny byly podle teploty vzplanutí děleny do čtyř tříd dle ČSN 730802.

- třída – hořlaviny s teplotou vzplanutí do 21 °C
- II. třída – hořlaviny s teplotou vzplanutí od 21°C do 55 °C
- III. třída – hořlaviny s teplotou vzplanutí od 55 °C do 100 °C
- IV. třída – hořlaviny s teplotou vzplanutí od 100 °C do 250 °C

Práce s hořlavinami:

Druhy hasicích přístrojů

- *vodní*
 - hasicí látkou je voda, která obsahuje potaš, chráníci proti zamrznutí,
 - vodní hasicí přístroje jsou vhodné pro hašení požárů pevných látek.
 - nelze s ním hasit elektrická zařízení pod napětím,
 - má nejnižší účinnost, hasebním účinkem vody je především ochlazování (chladicí efekt),
- *pěnové*
 - kromě vody obsahuje i pěnidlo, takže lze lépe hasit pevné látky, ale především hořlavé kapaliny,
 - nelze jím hasit polární kapaliny, například líh nebo aceton, které pěnu rozkládají,
 - přístrojem nelze hasit elektrická zařízení pod napětím, protože pěna je vodivá,
 - hlavním hasebním efektem je izolační efekt.
- *práškové*
 - hasivem je speciální nebo univerzální jemný prášek, hnaný plynem,
 - jedná se o poměrně velmi účinné hasivo, jehož velkou výhodou je nevodivost, proto je možné s ním hasit i elektrická zařízení pod napětím.
- *sněhové*
 - hasivem je pěna z oxidu uhličitého,
 - lze jím hasit elektrická zařízení
 - není vhodný pro hašení pevných látek (dřeva apod.), kovů,

Bezpečnost práce s elektrickými zařízeními.

- osoby bez elektrotechnické kvalifikace mohou samostatně obsluhovat pouze jednoduchá elektrická zařízení provedená tak, že při obsluze nemohou přijít do styku s částmi pod napětím
- obsluhující se nesmí dotýkat elektrických zařízení mokřýma rukama
- elektrické přístroje je nutno chránit před vlhnutím
- při požáru hasíme elektrická zařízení pod proudem nejčastěji práškovým nebo sněhovým hasicím přístrojem, nikdy ne vodou
- udržovat, opravovat a rozšiřovat instalace, které přivádějí elektrickou energii na pracovní místo až do přístroje, smějí jen osoby tím pověřené a s potřebnou kvalifikací

Skladování chemických látek:

- chemické látky se zásadně uskladňují v uzavřených nádobách z vhodného materiálu,
- původní balení od výrobce splňuje přísné bezpečnostní předpisy a je dáno charakterem chemické látky či přípravku,
- *kapalné látky*: reagenční láhve – sklo světlé nebo tmavé,
pevné látky: prachovnice – sklo světlé nebo tmavé,
- nádoby z plastů (pro NH_3 , H_2O_2 , HF, anorganické soli),
- kovové nádoby s víkem (pro karbid vápníku),
- všechny nádoby musí mít uzávěr odpovídající povaze skladované látky (zábrusové, šroubovací, dvojité uzávěry apod.),
- kyseliny a zásady musí být uloženy odděleně,
- chemikálie jsou dodávány v několika druzích čistoty,
- skladované chemické látky musí být označeny štítkem,
- je nutné dodržovat skladovací podmínky dané výrobcem dané látky nebo směsi (teplota, vlhkost, větrání apod.), skladovat odděleně od potravin a nápojů
- je nutné zabránit vniknutí do životního prostředí, půdy, vody, kanalizace a do okolního prostředí

Laboratorní řád – souhrn práv a povinností osob účastnících se provozu laboratoře. Je vypracován v souladu se Zákoníkem práce konkrétně pro jednotlivé typy laboratoří.

- Do přípravný a laboratoře vstupují žáci pouze s učitelem.
- Každý žák má trvale vyhrazeno pracovní místo, za jehož stav zodpovídá a hlásí závady vyučujícímu.
- Žák nepřechází bez dovolení po laboratoři a udržuje klid. Na svém pracovním místě a v celé laboratoři udržuje bezvadný pořádek a čistotu. Činidla ihned po použití odkládá na původní místo. Bez dovolení vyučujícího neodchází.
- Oděv a tašku odkládá v šatně, únikové cesty nechává průchodné.
- Žák je povinen používat ochranné prostředky (pracovní oděv, podle potřeby rukavice, ochranný štít). Žáci s delšími vlasy používají sponku, která vlasy stahuje dozadu.
- Každý žák se před samostatnou prací seznámí s úkolem, návodem k úloze a bezpečnostními pokyny. Pokud uvažuje o jiné variantě postupu, musí si vyžádat předem souhlas vyučujícího.
- Při práci dbá žák nejen o vlastní bezpečnost, ale i o bezpečnost ostatních.
- V laboratoři je zakázáno jíst, pít a kouřit. Z laboratorního skla se nesmí pít. Svačinu je nutné sníst pouze mimo laboratoř a po řádném umytí rukou.
- Se všemi chemikáliemi, vodou, plynem a svěřeným materiálem je nutno pracovat úsporně, opatrně a s maximální čistotou. Na stole ani na podlaze nesmí být rozsypané chemikálie ani vylité kapaliny.
- Neoznačené chemikálie, nečisté nebo poškozené nádobí zásadně nelze použít.
- Žák je povinen každou i drobnou událost hlásit vyučujícímu (drobná poranění, rozbití skla, rozsypaní nebo rozlítí chemikálie).
- Po skončení práce každý žák dokonale vyčistí nádobí a pomůcky. Podle pokynů vyučujícího likviduje odpad, uzavře na pracovním stole plyn, pomůcky a materiál uloží na jim určené místo.
- Žák je povinen si při odchodu řádně umýt ruce mýdlem, případně dezinfekčním prostředkem.
- Centrální uzávěry vody, plynu a elektrického proudu zabezpečuje vyučující.
- Záznam o prováděných úlohách vede žák formou protokolu.

Klasifikace, označování a balení látek

Legislativa

Všichni zaměstnanci SZŠ a studenti jsou povinni v souladu s platným zněním zákona dodržovat stanovené postupy, bezpečnostní předpisy a pokyny pro bezpečné nakládání s chemickými látkami tak, aby nebylo ohroženo jejich zdraví, zdraví spolupracovníků a životní prostředí.

V České republice se klasifikace, označování, balení látek a směsí řídí zákonem č. 350/2011 Sb. s prováděcí vyhláškou č.402/2011 Sb.

Problematika s nakládáním s chemickými látkami a směsmi byla zakotvena do § 65 odst. 4 zákona č. 561/2004 Sb., o předškolním, základním, středním, vyšším odborném a jiném vzdělávání (školský zákon), ve znění zákona č. 178 / 2016 Sb., tuto problematiku upravuje vyhláška č. 61/ 2018 Sb, která má přílohu se seznamem látek, s kterými mohou žáci nakládat. a dále zákon o ochraně veřejného zdraví č. 258/ 2016 Sb.

Nakládání s chemickou látkou nebo směsí je každá činnost, jejímž předmětem je látka nebo směs, jejich výroba, dovoz, vývoz, distribuce, používání, skladování, balení, označování a vnitropodniková doprava. Při nakládání s nebezpečnými látkami nebo přípravky je každý povinen chránit zdraví člověka a životní prostředí a řídit se výstražnými symboly nebezpečnosti, větami označujícími specifickou rizikovost a pokyny pro bezpečné nakládání.

Nikdo nesmí prodávat, darovat ani jiným způsobem poskytovat nebezpečné látky nebo přípravky, které jsou klasifikovány jako *vysoce toxické a karcinogenní, mutagenní a toxické pro reprodukci 1. a 2. kategorie* spotřebitelům ani jiným fyzickým a právnickým osobám, nejsou-li tyto osoby oprávněny k nakládání s těmito látkami a přípravky. Právnické osoby a fyzické osoby nesmějí prodávat nebo darovat také nebezpečné látky a přípravky klasifikované jako *výbušné, toxické a žíravé*

a) osobám mladším 18 let

b) osobám zcela nebo zčásti zbaveným způsobilosti k právním úkonům

Evropská legislativa

Pro látky a směsi: platí od 1. prosince 2010, povinný je od 31. 5. 2015 -Nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1272/2008 **neboli CLP** (Classifikacion, Labeling and Packaging – klasifikace, označování, balení)

Označení obalů nebezpečných chemických látek a přípravků musí být provedeno výrazně a čitelně v českém jazyce a musí ***obsahovat tyto údaje***:

- chemický, popřípadě i obchodní název nebezpečné látky,
- jméno, příjmení (název), trvalý pobyt (sídlo) výrobce, dovozce nebo distributora,
- výstražné symboly nebezpečnosti, odpovídající klasifikaci nebezpečné látky nebo přípravku,
- H-věty, P-věty formou textu

Výstražný symbol nebezpečnosti zahrnuje grafický symbol nebezpečnosti ve formě piktoqramu a slovní vyjádření nebezpečnosti. Grafický symbol nebezpečnosti je proveden v bílé barvě s červeným orámováním.

H-věty jsou standardní věty označující specifickou rizikovost nebezpečných chemických látek a přípravků.

P-věty jsou standardní pokyny pro bezpečné nakládání s nebezpečnými chemickými látkami a přípravky.

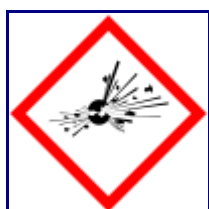
Výrobce, dovozce a distributor jsou povinni poskytnout bezplatně bezpečnostní list nejpozději při prvním předání nebezpečné látky a přípravku. Bezpečnostní list musí být v českém jazyce v písemné nebo elektronické formě.

Bezpečnostní list je souhrn identifikačních údajů o výrobcí nebo dovozci, o látce nebo směsi (fyzikální a chemické vlastnosti), klasifikaci nebezpečnosti pomocí výstražných symbolů a H vět, pokynů pro bezpečné nakládání pomocí P vět, o postupu a opatření v případě náhodného úniku, při požáru, pokynů k poskytnutí první pomoci a další informace.

Bezpečnostní pravidla

- K vybraným chemikáliím, jejichž vlastnosti představují významné riziko pro lidské zdraví (definováno zákonem o ochraně lidského zdraví č. 258/2016 Sb.), jsou v laboratoři uloženy na dostupném místě pokyny pro bezpečné nakládání s těmito látkami,
- pokyny obsahují stručný a přehledný výpis z bezpečnostního listu dané látky a jejich obsah schvaluje příslušný dozorový orgán – hygienická stanice,
- pokyny musí být dostupné v každé laboratoři dané instituce.

Výstražné symboly nebezpečnosti



GHS01 - výbušné látky



GHS02 - hořlavé látky



GHS03 - oxidační látky



GHS04 - plyny pod tlakem



GHS05 - korozivní a žíravé látky



GHS06 - toxické látky



GHS07 - dráždivé látky



GHS08 - látky nebezpečné pro zdraví



GHS09 - látky nebezpečné pro životní prostředí



GHS10 - látky s neznámými vlastnostmi

Klasifikace nebezpečnosti

Přehled jednotlivých tříd nebezpečnosti:

Seznam nebezpečných látek a směsí, kterých se uvedené požadavky týkají		
Klasifikace	Symbol	H-věty
Vysoce toxické		H300 Při požití může způsobit smrt H310 Při styku s kůží může způsobit smrt H330 Při vdechování může způsobit smrt
Toxické		H301 Toxický při požití H311 Toxický při styku s kůží H331 Toxický při vdechování
		H370 Způsobuje poškození orgánů H372 Způsobuje poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici
Žíravé		H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí
Karcinogenní		H350 Může vyvolat rakovinu H350i Může vyvolat rakovinu při vdechování
Mutagenní		H340 Může vyvolat genetické poškození
Toxické pro reprodukci		H360F Může poškodit reprodukční schopnost H360D Může poškodit plod v těle matky

Čistota chemikálií

Chemikálie, které se používají v laboratořích, musí být dostatečně čisté. Nesmějí obsahovat složky, které se mají pomocí dané chemikálie stanovit, nebo složky, které by mohly stanovení ovlivnit.

Obchodně dostupné chemikálie jsou podle čistoty zařazovány do tří skupin (ČSN 65 0102):

Skupina	Podskupina	České označení	Zkratka	Latinské označení zkr.
I. zvláště čisté	1	zvláště čisté	zv. č.	pur. spec.
	2	chem. čisté	ch. č.	purris.
II. čisté	3	pro analýzu	p.a.	p. a.
	4	čistý	č.	pur.
	5	čištěný	čištěný	depur.
III. technické	6	technický	tech.	tech.,
	7	surový	sur.	crud.

Obecné zásady předlékařské první pomoci

1. První pomoc při zasažení oka

Oko vyplachujeme čistou vodou (oko rozevřené, stažené dolní víčko, výplach se provádí od vnitřního koutku k zevnímu volným proudem vody z maximální výšky 10 cm, a to po dobu 10 – 20 minut. Při zasažení očí alkalickými roztoky nebo kyselinami nikdy nepoužíváme neutralizační roztoky!!! Vypláchnuté oko sterilně přikryjeme obvazem a postiženého dopravíme k lékaři.

2. První pomoc při poleptání pokožky (kyselinami, zásadami)

Před ošetřením odstraníme potřísněný oděv a šperky. Postižené místo vydatně oplachujeme velkým množstvím studené vody minimálně po dobu 30 minut. Proud vody nesmí být prudký, aby nedošlo ještě k hlubšímu proniknutí toxické látky do kůže. V případě nutnosti sterilně přikryjeme a postiženého dopravíme k lékaři.

3. První pomoc při vzniku řezných ran

a) drobná poranění s kapilárním krvácením – opláchneme vodou, vydezinfikujeme a sterilně přikryjeme,

b) poranění s žilním a tepenným krvácením – zastavíme krvácení tlakovým obvazem, nevyplachujeme vodou ani nedezinfikujeme. Ránu sterilně přikryjeme a dopravíme zraněného k lékaři. Při tepenném krvácení i při rozsáhlejších žilním krvácení VŽDY voláme ZZS.

4. První pomoc při popáleninách

Druhy popálenin podle hloubky:

I. stupeň – zčervenání a bolestivý otok pokožky,

II. stupeň – tvorba puchýřů,

III. stupeň – povrchová nebo hluboká nekróza tkání (zničení kůže v celé tloušťce, tj. pokožka, škára, podkoží),

IV. stupeň – zuhelnatění (zasaženy svaly, šlachy).

Při poskytování první pomoci u popálenin především z postiženého odstraníme vodiče tepla (prsteny, náušnice, náramky), kvůli možnosti otoku. Z popálených míst nestrháváme přiškvařený oděv či předměty, odstraníme jen volné okraje. Postiženého posadíme nebo položíme.

U popálenin I. a II. stupně dostatečně dlouho chladíme nejlépe tekoucí studenou vodou, minimálně však 20 minut. Ránu sterilně přikryjeme (nekryjeme popáleniny I. stupně, obličej a krk).

Popáleniny III. a IV. stupně nechladíme, jelikož došlo k celkovému zničení tkáně a hrozí infekce. Postižený se zabalí do čistého prostěradla a zařídí se okamžitý převoz do nemocnice.

5. První pomoc při náhodném (neúmyslném) požití toxické látky

a) postižený při vědomí – zředit toxický obsah žaludku vodou po malých doušcích, v určitých případech vyvolat vracení (pitím vlažné vody nebo vlažné osolené vody)!!! Zvracení nelze vyvolat, jedná-li se o požití leptavé látky (tj. kyseliny a zásady), dále u

látek pěnivých, korozivních, uhlovodíků, benzínu, petroleje a jejich derivátů apod. Je nezbytné co nejdříve zajistit lékařské ošetření!!!,

b) postižený v bezvědomí – nic nepodávat ústy, nevyvolávat zvracení, zprůchodnit dýchací cesty záklonem hlavy, při dostatečném dýchání uložit do zotavovací polohy na čerstvém vzduchu, přivolat zdravotnickou pomoc a zajistit převoz do zdravotnického zařízení. Je velmi důležité předat ZZS látku (noxu), která intoxikaci způsobila!!!

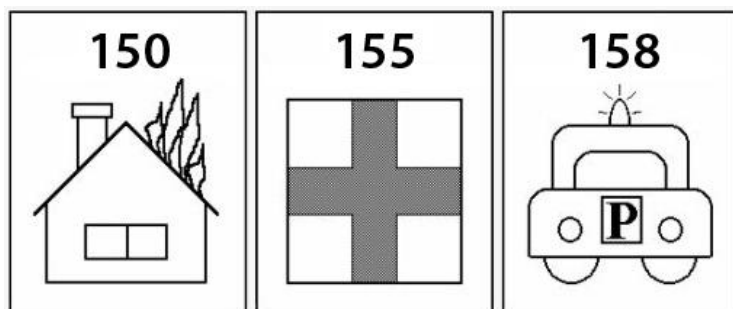
6. První pomoc při podráždění dýchacích cest škodlivými látkami

Postižený se musí vynést na čerstvý vzduch, kde je uložen do polohy v polosedě. Je-li zraněný v bezvědomí, položí se, průchodnost dýchacích cest se zajistí záklonem hlavy. Je nutno okamžitě přivolat ZZS a zajistit převoz do nemocnice.

7. První pomoc při zasažení elektrickým proudem

Prerušit (vypnout) přívod elektrické energie, vyprostit postiženého z dosahu elektrického zařízení. Pokud postižený nedýchá, zprůchodní se dýchací cesty záklonem hlavy. Pokud je zraněný v bezvědomí, nedýchá a není hmatný tep, zahájí se masáž srdce. Nutno okamžitě přivolat ZZS.

Tísňová telefonní čísla



KOMBINOVANÁ ZÁCHRANNÁ SLUŽBA 112

Při požití toxické látky volat TIS (toxikologické informační středisko) 224 919 293

Pracovní záznam z laboratorních cvičení – protokol

Během laboratorních cvičení pořizuje student poznámky o průběhu práce. Zapisuje výpočty, rovnice, zjištěné hodnoty apod. Tyto záznamy slouží jednak učitelům ke kontrole studentovy práce, ale především studentovi jako podklady ke zpracování protokolu.

Protokol

Protokol z provedené práce je zhotovený na bílém archu A4 a má tyto náležitosti:

Číslo protokolu

Název práce (téma protokolu)

Hlavička protokolu – jméno, datum vypracování, datum odevzdání

Úkoly

Princip – je obecný rozbor zadané práce.

Pomůcky

- technické - použité chemické sklo a ostatní laboratorní pomůcky.
- chemické - přesný název, popř. koncentrace a čistota.

Postup – je stručný popis práce, kterou žák prováděl.

Vypracování – uvedeny naměřené hodnoty a výpočty

Závěr – uvádíme stručně splnění úkolu. Je-li výsledkem práce výtěžek látky, uvádíme jeho množství, praktický výtěžek v procentech.

Ukázka protokolu:

Protokol č. 1

Téma: Váhy a vážení

Pracoval(a):	Datum vypracování:
Spolupracoval(a):	Datum odevzdání:

Úkol:

- 1) Zjistíte průměrnou hmotnost hodinového skla vážením na 5 technických vahách.
- 2) Určete průměrnou hmotnost 5 (ml) destilované vody vážením na technických vahách.

Teoretický rozbor:

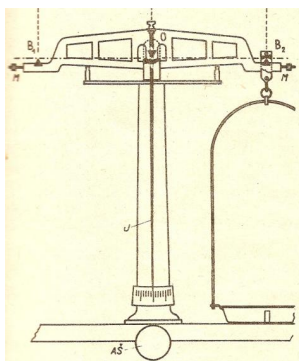
Váhy jsou zařízení ke zjištění hmotnosti tělesa.

Druhy vah:

- 1) technické váhy
- 2) analytické váhy
- 3) předvážky
- 4) mikrováhy

Technické váhy (TV)

- dvouramenné váhy
- dvoumiskové váhy
- váživost do 1 kg
- citlivost 1 cg



Obr. Technické váhy

(O – osa vahadla, B₁ a B₂ – břity, J – jazýček, AŠ – aretační šroub, M – matičky)

Pomůcky:

technické: technické váhy, soustava závaží, hodinové sklo, kádinka, odměrný válec(2x, V=25ml)

chemické: destilovaná voda (H₂O)

Závěr:

- 1) Průměrná hmotnost hodinového skla je $7,23 \pm 0,023$ g.
- 2) Průměrná hmotnost 5 ml destilované vody je $4,97 \pm 0,01$ g.

1. list protokolu (nutné dodržovat !)

Postup:**Úkol č.1. Stanovení průměrné hmotnosti hodinového skla**

Připravila jsem si technické váhy. Před vlastním vážením jsem zkontrolovala vodorovnou polohu (poloha základové desky), dále nulovou polohu (poloha jazýčku u nezatížených vah) a popř. ji upravila pomocí táry. Na levou miskou vah jsem umístila hodinové sklo, na miskou pravou odhadem hmotnosti tělesa závaží. Váhy jsem částečně odaretovala (pomalu a opatrně) a dle polohy jazýčku jsem závaží přidávala či odebírala (při zaaretovaných vahách) do zjištění přesné hmotnosti nádoby (jazýček při odaretování směřoval do středu stupnice, tzv. rovnovážné polohy).

Úkol č.2. Stanovení průměrné hmotnosti 5 (ml) destilované vody

Na již připravených technických vahách jsem si nejprve zvažila prázdnou kádinku. V odměrném válci jsem si odměřila 5 ml destilované vody, kterou jsem přelila do kádinky a následně zvažila. Po zvažení jsem znovu odměřila dalších 5 ml destilované vody a znovu přelila do kádinky a zvažila. Toto jsem zopakovala ještě 3x.

Vypracování:**Úkol č.1. Stanovení průměrné hmotnosti hodinového skla**

Technické váhy	m_H [g]	Δm_H [g]
1.	7,25	0,02
2.	7,16	-----
3.	7,45	-----
4.	7,20	- 0,03
5.	7,25	0,02
	$\bar{m}_H = 7,23 \text{ g}$	$\bar{\Delta m}_H = \pm 0,023$

pozn. vysoká a nízká hodnota nezapočítána do průměrné hodnoty

Legenda:

m_H [g] hmotnost hodinového skla v gramech (g)

Δm_H [g] odchylka hmotnosti hodinového skla v gramech (g)

Úkol č.2. Stanovení průměrné hmotnosti 5 (ml) destilované vody

$m_K = 45,58 \text{ g}$

Technické váhy	$m_{(K+H)}$ [g]	m_H [g]	Δm_H [g]
měření č. 1.	50,55	4,97	0
2.	55,60	5,05	-----
3.	60,55	4,95	- 0,02
4.	65,40	4,85	-----
5.	70,38	4,98	0,01
		$\bar{m}_H = 4,97 \text{ g}$	$\bar{\Delta m}_H = \pm 0,01 \text{ g}$

pozn. vysoká a nízká hodnota nezapočítána do průměrné hodnoty

Legenda:

m_K hmotnost kádinky v gramech (g)

$m_{(K+H)}$ [g] hmotnost kádinky s destilovanou vodou v gramech (g)

m_H [g] hmotnost destilované vody v gramech (g)

Δm_H [g] odchylka hmotnosti destilované vody v gramech (g)

2. Laboratorní sklo, porcelán a ostatní materiál

Pod pojmem laboratorní sklo řadíme veškerý skleněný materiál se kterým se setkáváme v chemické laboratoři (s výjimkou skla tabulového). Výhodné chemické, fyzikální a optické vlastnosti skla byly příčinou, proč se sklo stalo základním materiálem pro převážnou většinu chemického nádobí i přístrojů

2.1. Chemické složení skla

✓

✓

2.2. Všeobecné vlastnosti skla

✓

✓

✓

✓

✓

2.3. Při běžné práci při cvičení se setkáváme s těmito druhy skla:

1. sklo sodno – vápenaté (měkké)

2. sklo sodno – draselné (tvrdé)

3 . sklo křemenné (borosilikátové, borokřemičité)

2.4. Práce se skleněným nádobím

Zahřívání

Při *zahřívání skleněného nádobí* je třeba se řídit následujícími pokyny:

1. *Varné sklo tenkostěnné* (kádinky, baňky apod.)

2. *Silnostěnné nádoby* (odměrné válce, zásobní lahve, prachovnice, třecí misky apod.) a také některé tenkostěnné předměty (pyknometry, kohouty apod.)

Čištění laboratorní skla

1. *mechanické*

2. *chemické*

3. *speciální*

Popisování skla

✓
✓

2.5. Vedle chemického skla se setkáváme v laboratoři i s **porcelánovými předměty**.

Jsou vyrobeny z tzv. „tvrdého“ porcelánu, který svými fyzikálními a chemickými vlastnostmi mnohdy předčí i speciální chemická skla.

- ✓ tyto předměty lze zahřívat i nad 1000 °C.
- ✓ porcelán snáší po předchozím vyhřátí i **žihání přímým plamenem** (na rozdíl od chemického skla).

Jinak platí pro tento materiál stejné zásady jako pro sklo, tzn. tenkostěnné předměty snášejí zahřívání, silnostěnné nikoliv. Odolnost proti mechanickému namáhání je u porcelánu větší než u skla.

p o r c e l á n

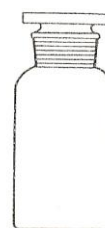
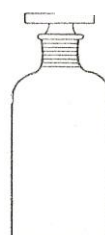
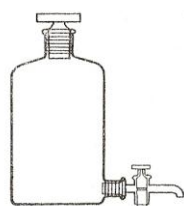
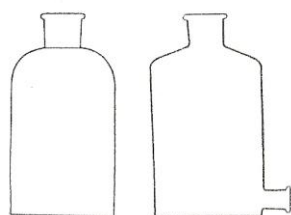
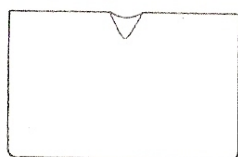
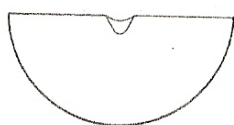
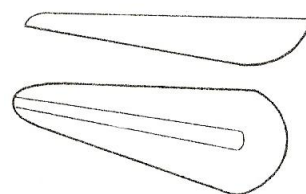
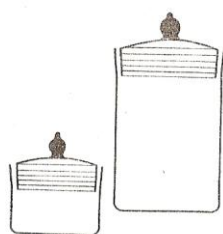
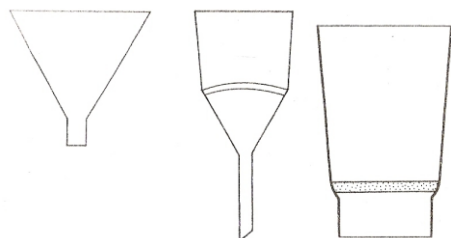
- použití: odpařovací misky, žihací kelímky, Büchnerova nálevka
- snáší vysoké teploty, ale ne však teplotní a mechanické nárazy; alkalické taveniny ho leptají

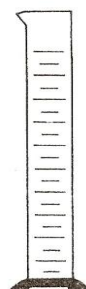
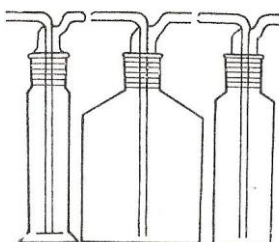
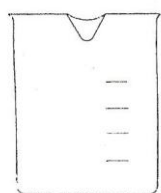
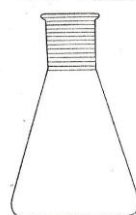
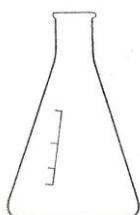
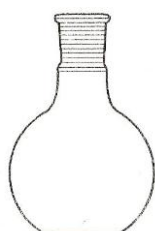
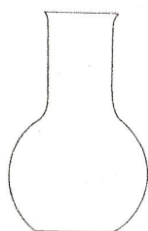
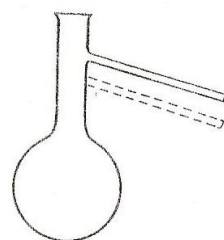
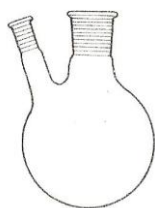
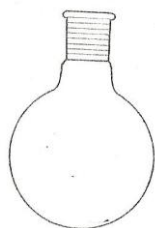
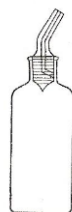
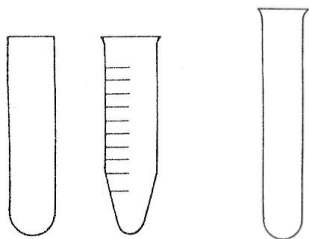
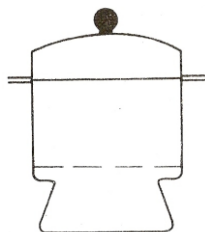
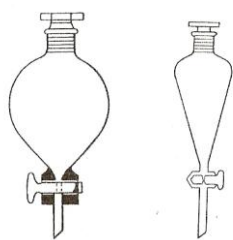
2.6. Další materiály užívané v laboratoři

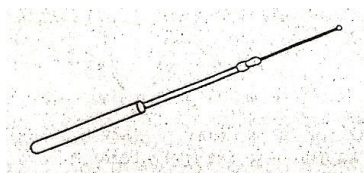
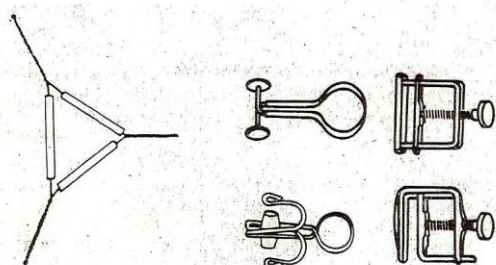
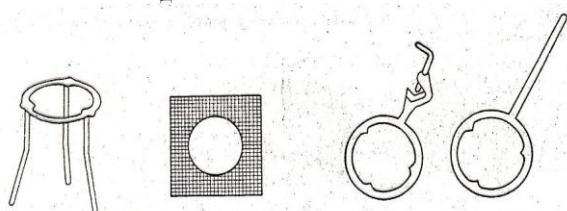
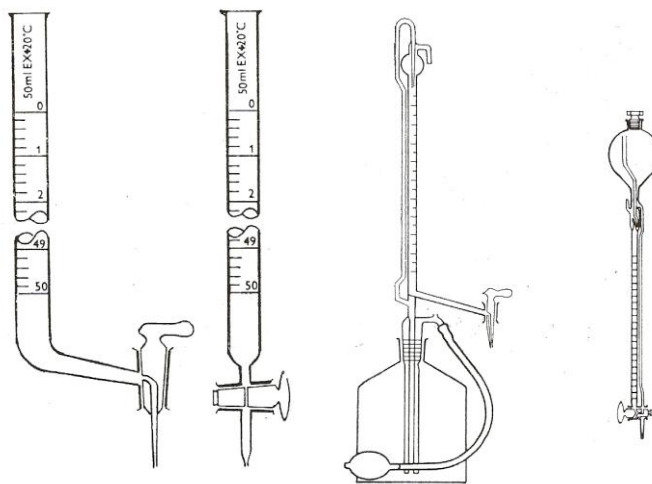
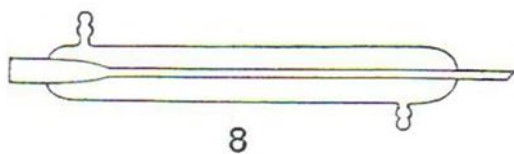
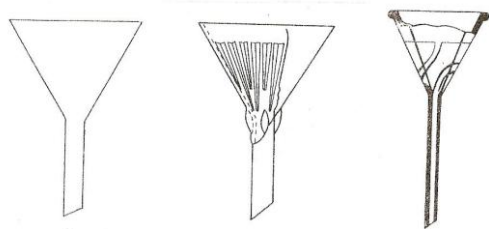
- ✓ **kovové** např. železo a jeho slitiny, hliník, stříbro...
- ✓ **nekovové** např. plast(PE, PVC, PS) dřevo, guma, pryž

2.7. Druhy laboratorního nádobí

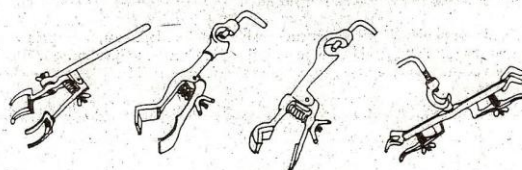
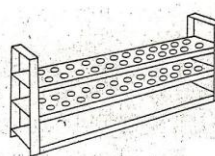
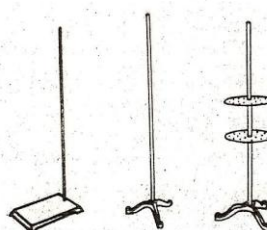
1. skleněné

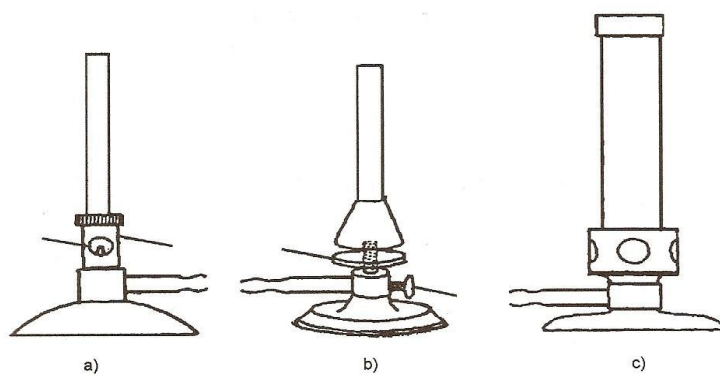




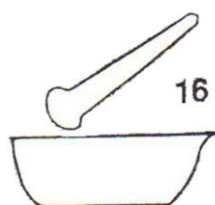


2. kovové pomůcky

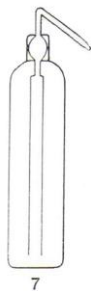




3. porcelánové pomůcky



4. plastové pomůcky



2.8. Využití laboratorního nádobí

Druh	Využití	Druh	Využití
f. kelímek	filtrace	Petriho miska	bakteriologie
p. nálevka	filtrace	reagenční lahev	uchovávání kapalin
násypka	přesyp pevných látek	prachovnice	uchovávání pev. látek
váženka, lodička	vážení	odměrná baňka	příprava roztoků
odpařovací miska	odpařování	dělicí nálevka	oddělování emulze
krystalizační miska	krystalizace	exikátor	sušení
hodinové sklo	vážení	zkumavky	pomocné práce
destilační baňka	destilace	promývačka	promývání plynů
frakční baňka	destilace, sublimace	odměrný válec	odměřování kapalin
titrační baňka	titrace	nálevka	přelívání kapalin
kuželovitá baňka	pomocné práce	pipety	odměřování kapalin
varná baňka	zahřívání látek	byrety	titrace
kádinka	pomocné práce	chladič	chlazení - destilace
filtrační baňka	filtrace	třecí miska s tl.	rozmělnování l.
žíhací kelímek	žíhání	trojnožka	zahřívání
Buchnerova nálevka	filtrace	keramická síťka	zahřívání
lžička	nabírání pevných látek	železný kruh	filtrace
pipety	odměřování kapalin	triangl	žíhání
lab. stříčka	zdroj des.vody	stojan	na sestavení aparatury
stojan na zkumavky	na zkumavky	držáky, svorky	na přichycení na stojan
držák na zkumavky	při zahřívání ve zkumavkách	kleště	k přichycení
kahany	zahřívání		

3. Váhy a vážení

Váhy

Vážení

→ hmotnost určujeme na základě rovnováhy (hmotnost tělesa = hmotnost závaží)
(hmotnost určujeme na základě rovnosti momentů sil)

Charakteristika vah

Citlivost vah :

Maximální zatížení vah (váživost):

Přesnost:

Nulová poloha:

Rovnovážná poloha:

Vodorovná poloha

Třídy přesnosti vah

✓

✓

✓

✓

Druhy vah

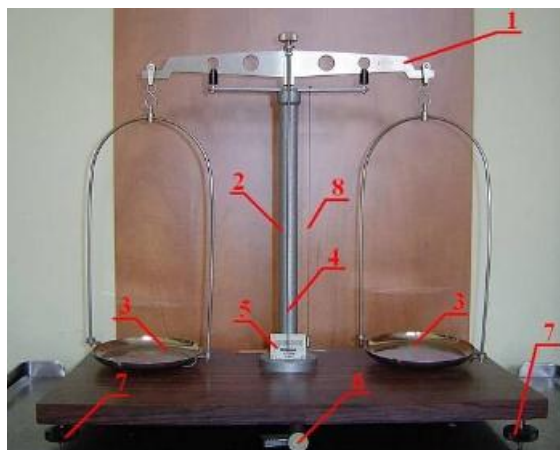
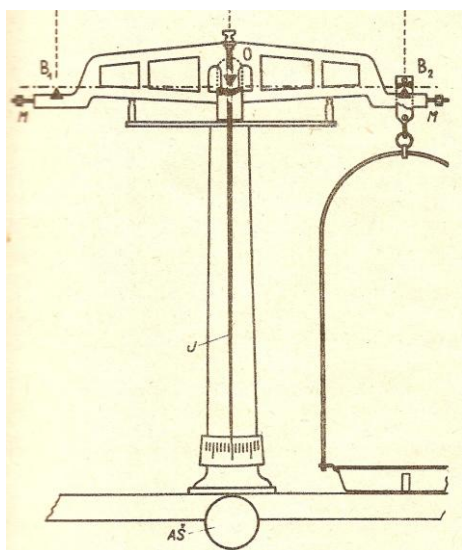
1. Technické váhy

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

Soustava závaží

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

Technické váhy



(O – osa vahadla, B₁ a B₂ – břity, J – jazýček, AŠ – aretační šroub, M – matičky)

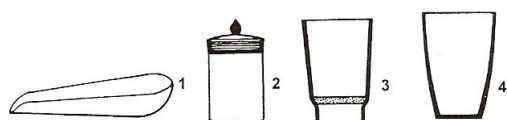
→otřesy a pohybem vzduchu dochází ke kývání vahadla a tím k otupování břítů; z těchto důvodů mimo dobu vážení provádíme zajištění váhy, tzv. **aretaci**

Aretace $\equiv$ umožňuje vysunutí vahadla z břítů, a tím chrání břity před mechanickým poškozením v době, kdy nevážíme

Zásady vážení na technických vahách

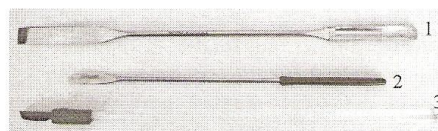
- ✓

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓
- ✓



Nádoby na vážení

1 - lodička, 2 - odvažovačka se zabroušeným víčkem, 3 - skleněný filtrační kelímek, 4 - porcelánový žíhací kelímek



Kopist

1 – kovová dvojité; 2 – kovová jednostranná
3 – náhradní ze skleněné tyčinky, pera a gumového prstence

2. Předvážky

- ✓
- ✓
- ✓



3. Mikrováhy

- ✓
- ✓

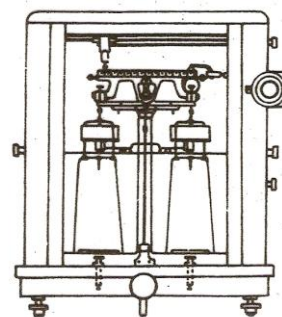
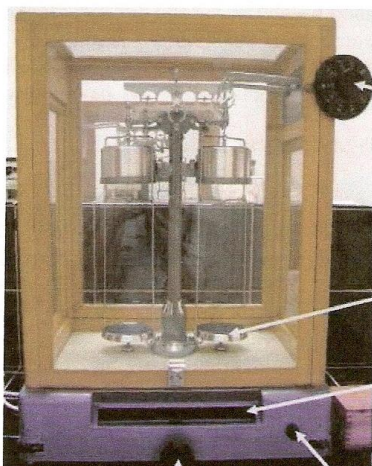
4. Analytické váhy

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

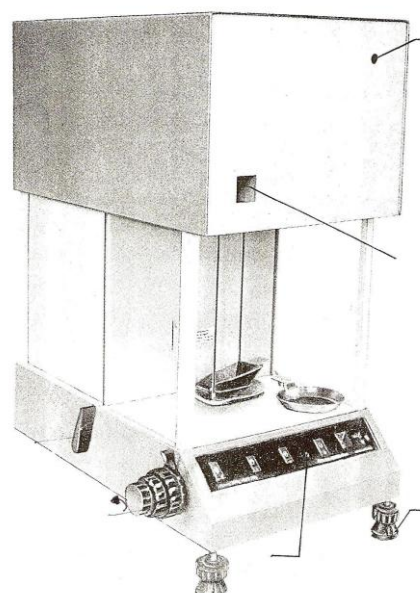
Rozdělení analytických vah – dle způsobu přidávání závaží

1) Poloautomatické analytické váhy

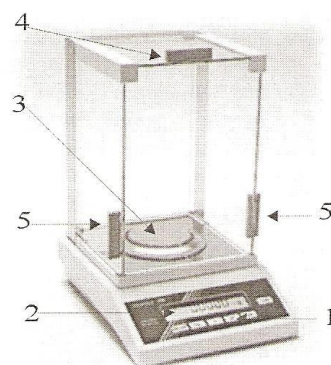
- ✓



2) Automatické analytické váhy



3)Elektronické analytické váhy



Elektronické analytické váhy

1 - tlačítka; 2 - displej; 3 - miska;
4 - horní posuvná dvířka; 5 - boční
posuvná dvířka

Zásady vážení na automatických analytických vahách

4. Odměrné sklo a práce s ním

slouží k

jednotky

✓
✓

základními druhy jsou:

✓
✓
✓
✓

Odměrné nádobí je výrobcem kalibrováno. **Kalibrací** (vyměřováním) rozumíme určení polohy rysky nebo rysek, vymezujících objem daného nádobí.

Odměrné nádobí je výrobcem kalibrováno na konkrétní teplotu.

✓
✓

dle způsobu použití:

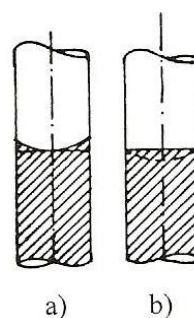
- ✓ odměrné sklo **na dolití** (IN, D, E) - nádoba obsahuje vyznačený objem, pokud je doplněna kapalinou po kalibrační značce, při vylití se získá menší objem, protože část kapaliny ulpí na stěnách nádoby. př. **odměrná baňka**, **odměrný válec**
- ✓ odměrné sklo **na vylití** (EX, V, A) - vyznačený objem kapaliny získáme po vyprázdnění dané kapaliny z nádoby po kalibrační značce, př. **pipety**, **byrety**

Způsoby čtení objemu - meniskus

✓

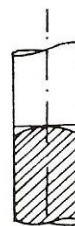
1) kapaliny, které smáčejí povrch skla (např. vodné roztoky)

a)

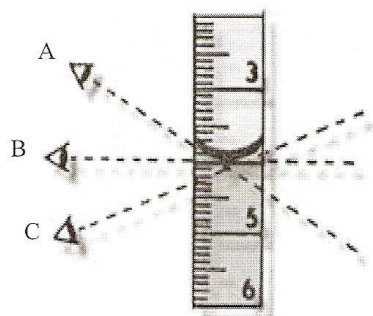


b)

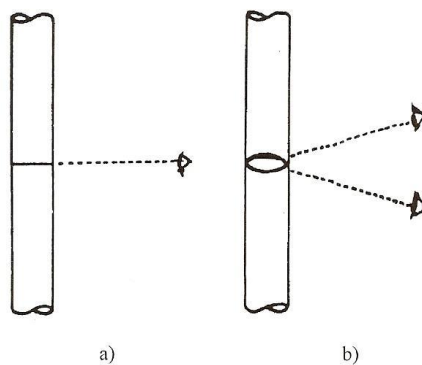
2) kapaliny, které nesmáčejí povrch skla (konvexní meniskus)



Pravidlo pro odečítání objemu kapaliny na rysce



Správný směr (B), nesprávné směry (A, C) pozorování při odečítání hladiny kapaliny na rysce



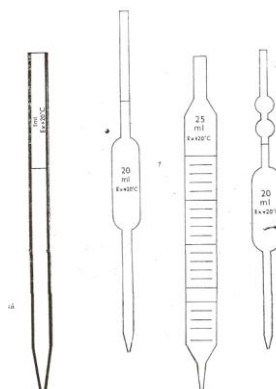
Vzhled celoobvodové rysky
a) při správném směru pozorování
b) při nesprávných směrech pozorování

1) Pipety

✓
✓

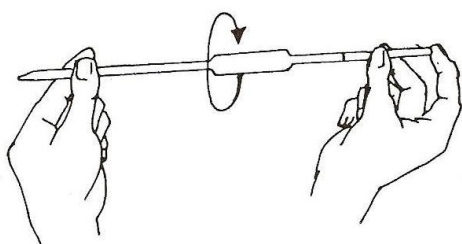
Skleněné pipety - druhy

✓
✓
✓

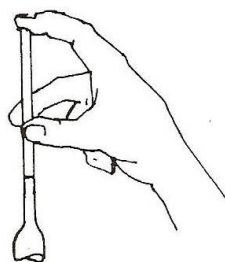


Práce se skleněnými pipetami

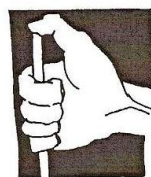
✓



Držení pipety
při vyplachování roztokem

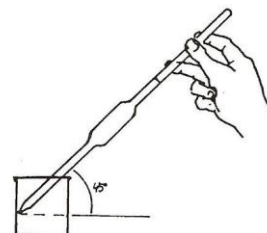


a)



b)

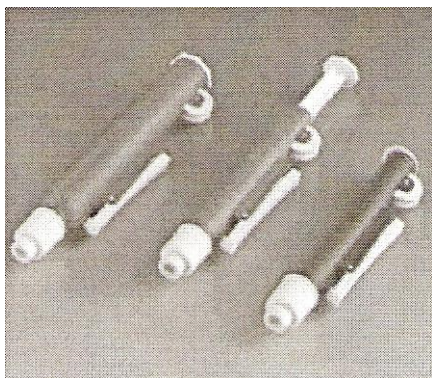
Způsob držení pipety
a) správný (třemi prsty s uzavíráním ukazováčkem)
b) nesprávný (uzavírání palcem)



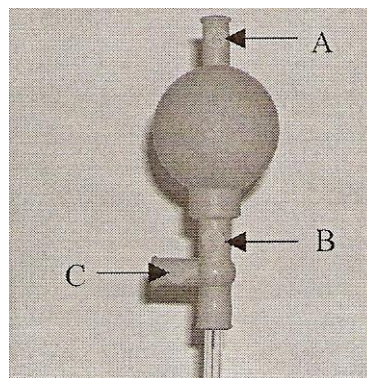
Správný způsob držení
nedělené pipety při vypouštění
roztoku

Technika pipetování - ústy

Technika pipetování s bezpečnostním nástavcem



Bezpečnostní nástavec na pipetu



**Balónek pro nasávání kapalin
do pipet**

Pístové automatické pipety

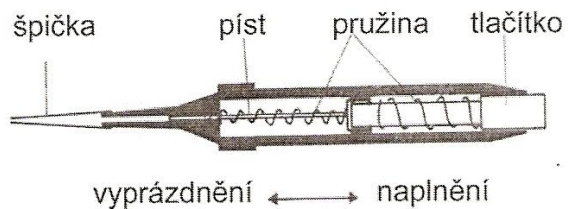
- ✓
- ✓
- ✓



✓

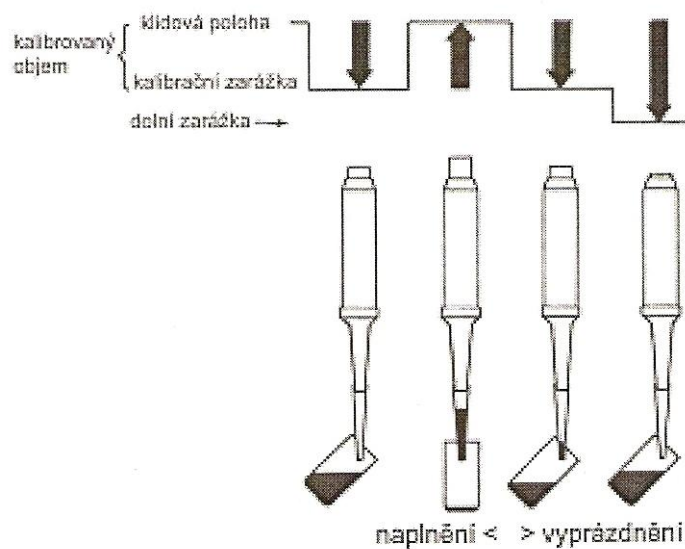


Pístová automatická pipeta



Řez pístovou automatickou pipetou

Práce s pístovou automatickou pipetou



2) Odměrné válce a práce s nimi

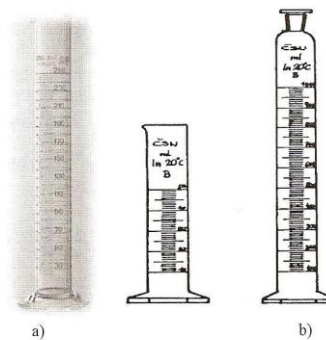
✓

✓

✓

✓

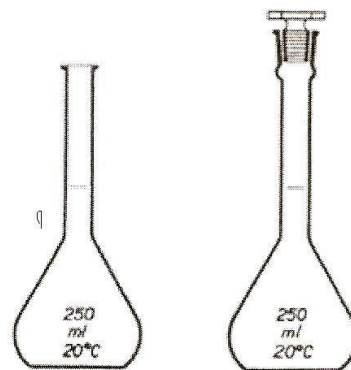
✓



Odměrné válce
a) s výlevkou; b) se zátkou

3) Odměrné baňky a práce s nimi

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

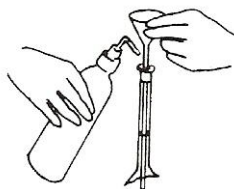
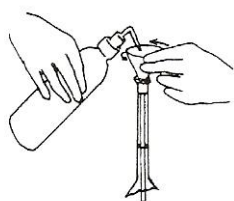


Odměrné baňky

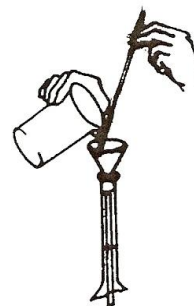
Odměrné roztoky a jejich příprava

- ✓
- ✓
- ✓

Příprava roztoků kapalin

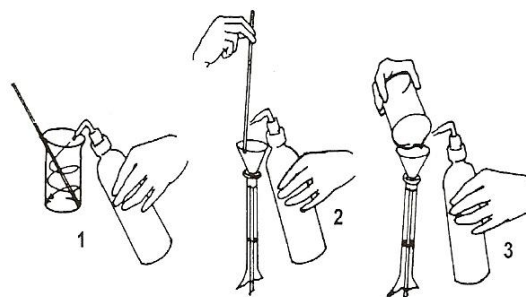


Oplachování nálevky destilovanou vodou



Kvantitativní převedení roztoku

do odměrné baňky



Převádění zbytků roztoku do odměrné baňky

1 - oplachování vnitřních stěn kádinky

2 – oplachování tyčinky

3 – oplachování vnějšího okraje kádinky

Příprava roztoků pevných látek

4) Byrety

Skleněné

✓

✓

✓

✓

✓

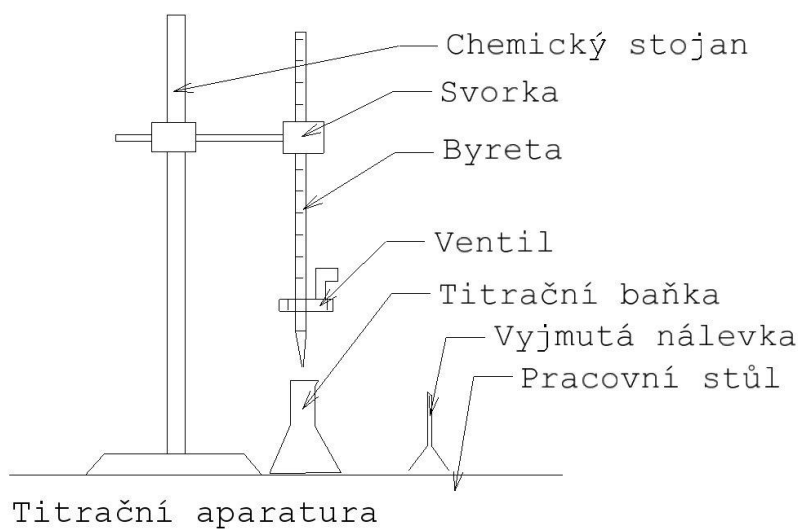


Práce s byretami

Titrace

- ✓ pracovní úkon, který spočívá v postupném přidávání odměrného roztoku z byrety ke stanovované látce v titrační baňce do bodu ekvivalence, který se projeví např. barevnou změnou (použití vhodného indikátoru)

Titrační aparatura



Druhy byret

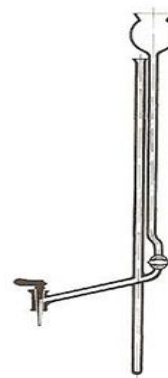
Digitální byreta

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓



Automatická mikrobyreta

- ✓



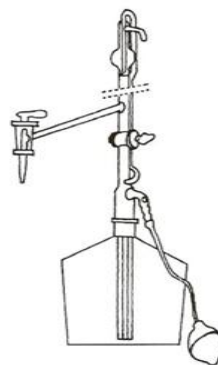
✓

Automatická byreta

✓

✓

✓



Dávkovače

✓

✓

✓

✓



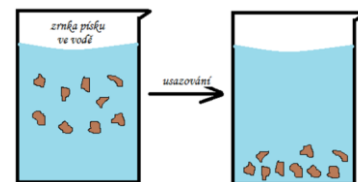
ZÁKLADNÁ LABORATORNÍ OPERACE

5. Dekantace, centrifugace

Dekantace

Sraženina

postup:



Sedimentace

Centrifugace (odstředování)

→ k odstředování (*centrifugaci*) se používají **odstředivky** (*centrifugy*)

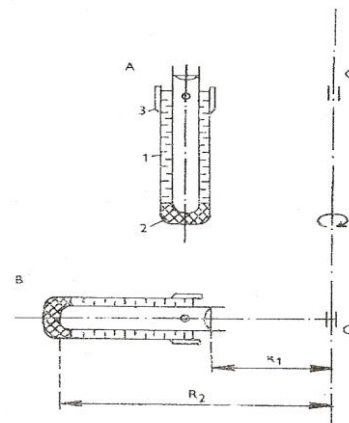
Druhy odstředivek:

Výkyvné odstředivky



Princip výkyvné odstředivky

A – v klidu, B – v pohybu; 1 – voda mezi stěnami, 2 – gumová podložka, 3 – čep kyvety, R_1 – vzdálenost hladiny od osy odstředivky, R_2 – vzdálenost dna od osy odstředivky, O – osa odstředivky

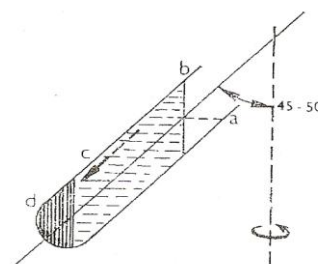
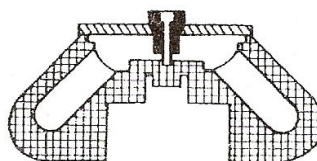


Úhlové odstředivky



Sedimentace v úhlové odstředivce

a- hladina v klidu, b – hladina při rotaci,
c – dráha sedimentující částice,
d - sediment



Ultracentrifugy

Obecné zásady pro práci s centrifugami (praxe)

- 1) Vyvážený rotor (kyvety na protilehlých místech).
- 2) Při spouštění centrifugy a během centrifugace musí být centrifuga uzavřena víkem.
- 3) Při spouštění centrifugy zvyšujeme otáčky postupně od nuly.
- 4) Odstředíme-li při vysokém počtu otáček, nepoužíváme skleněné zkumavky (z důvodu prasknutí), ale zkumavky plastové; pod kyvety na dno pouzder se vkládají gumové podložky, které zabraňují poškození zkumavek.
- 5) Při odstředování suspenzí z velmi prchavých rozpouštědel (př. aceton, alkohol) je nutné zkumavky uzavřít těsnícimi zátkami (z otevřených zkumavek by mohlo během odstředování dojít k odpaření části rozpouštědla, čímž by se posunula rovnováha vyvážení a osa by byla namáhána; v krajním případě by mohlo dojít k havárii odstředivky).
- 6) Doba odstředování 10 až 60 min (dle návodu).

7) Po skončení odstředování se sraženina buď dekantuje (kapalina se slije) nebo se kapalina nad sraženinou (*supernatant*) stáhne pipetou; jsou-li obě fáze kapalné, vrchní se oddělí pipetou.

→ místo výpočtu lze výsledek velmi snadno získat použitím *nomogramu*

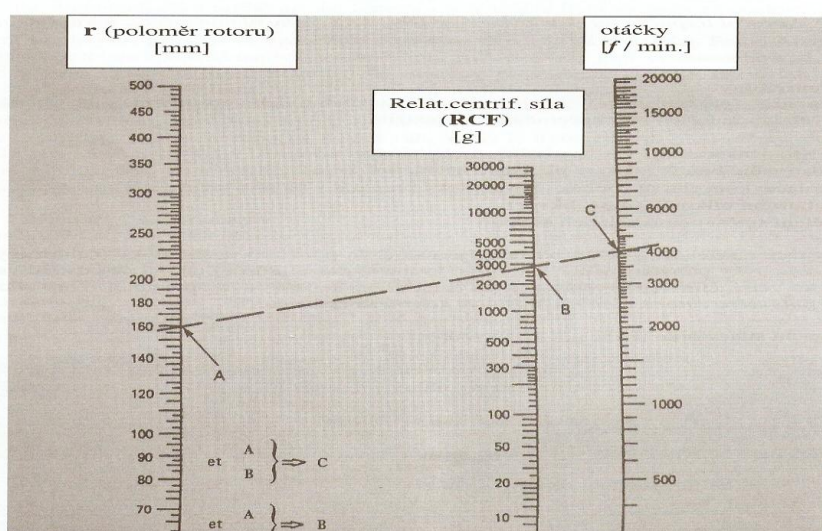
Nomogram – obsahuje 3 sloupce:

pravý sloupec – poloměr otáčení (tj. vzdálenost dna kyvety od středu osy otáčení) v cm

střední sloupec – gravitační síla (G) v klidové poloze

levý sloupec – počet otáček/min

→ spojíme-li pravý a levý sloupec dle konkrétních hodnot, protne se střední sloupec v bodě udávající příslušnou hodnotu odstředivé síly (G)



Obr. 1.19 Nomogram vyjadřující vztah mezi poloměrem rotoru centrifugy, otáčkami a relativní centrifugační silou.

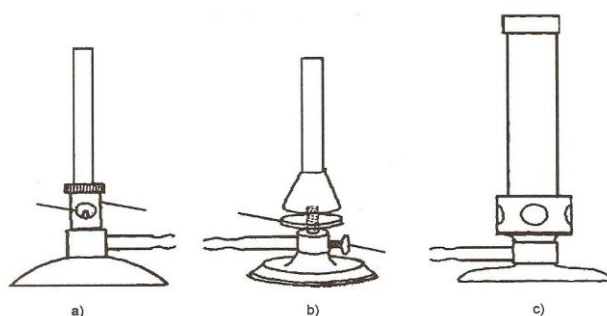
6. Zahřívání

je prováděno

- a) přímo –
- b) nepřímo -

Přímé zahřívání

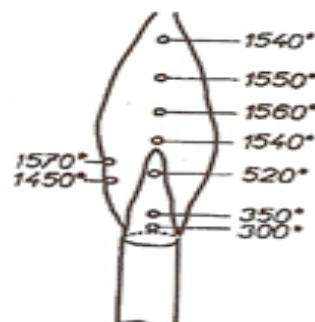
a) Kahany – druhy



Zásady práce s plynovými kahany

- ✓ kahan musí stát na pevné, nehořlavé podložce
- ✓ přívod plynu zajišťuje silnostěnná gumová hadice
- ✓ zkontrolujeme, zda je na kahanu uzavřen přívod vzduchu
- ✓ pustit plyn otočením hlavního kohoutu
- ✓ otevřeme přívod plynu a přiložíme hořící zápalku k ústí kahanu; plyn vzplane svítivým plamenem, který je méně výhřevný (dochází k nedokonalému spalování plynu)
- ✓ poté otáčíme objímkou nebo maticí ve spodní části kahanu a zvyšujeme přívod vzduchu; je-li přívod vzduchu optimální, kahan se rozhoří nesvítivým plamenem, který je výhřevnější, má tři zóny; nejvýhřevnější je plamen ve střední (jasně modré) zóně, kde se dosahuje teploty kolem 1 500°C

Teplota jednotlivých částí plamene – 3 zóny nesvítivého plamene



a) Elektrické vařiče



Odkrytá spirála - nepoužívají

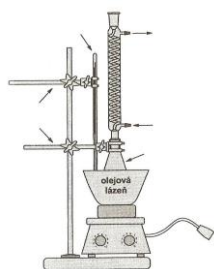
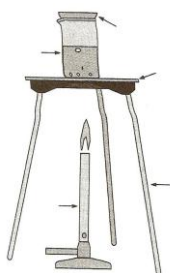
Topná deska

Topné hnízdo

Nepřímé zahřívání

a) Lázeň

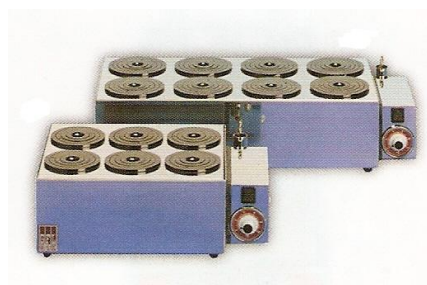
✓ vodní



Improvizovaná vodní lázeň



Lázeň vodní odpařovací



Lázeň vodní odpařovací vícemístná

✓ písková

✓ olejová

Další druhy lázní:



b) Termostat:



Termostat s otevřenou plastovou lázní
Termostat s otevřenou nerezovou lázní



Termostat závěsný



Termostat chlazený

7. Chlazení

✓

Způsoby chlazení

Složení některých chladicích směsí:

Látka	Díly ledu	Díly soli	Dosažitelná teplota [°C]
$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$	100	20	- 2
KCl	100	30	- 11
NH_4Cl	100	25	- 15
NaCl	100	33	- 21,3
$\text{NaNO}_3 + \text{NH}_4\text{NO}_3$	100	55 + 52	- 26
$\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NaNO}_3$	100	13 + 38	- 31
$\text{KNO}_3 + \text{KCNS}$	100	2 + 112	- 34
$\text{NaNO}_3 + \text{NH}_4\text{CNS}$	100	55 + 40	- 37
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$	61	100	- 39
$\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$	70	100	- 54,9

8. Teploměry

Teplotu látek měříme pomocí teploměru. Teplotu vyjadřujeme pomocí Celsiovy stupnice. Základní teploměrné body této stupnice jsou **bod tání** – $0\text{ }^{\circ}\text{C}$; a **bod varu** za normálního tlaku $0,1\text{ MPa}$ – označuje se **$100\text{ }^{\circ}\text{C}$** . Tento základní interval je rozdělen na 100 dílků, tedy 1 dílek odpovídá $1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

✓ Kapalinové teploměry

→ měření založeno na **tepelné roztažnosti kapalin**

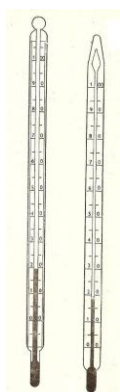
○ rtuťové teploměry

- nejběžnější kapalinový teploměr
- rtuť má pravidelný koeficient roztažnosti; tuhne při $-38,8\text{ }^{\circ}\text{C}$ (teplota tání T_t) a teplotu bodu varu má při $357\text{ }^{\circ}\text{C}$ (T_v)

→ tyto se teploměry se používají v rozsahu -38 až $300\text{ }^{\circ}\text{C}$

Od roku 2017 je zákaz jejich používání – ochrana životního prostředí

Rozdělení teploměrů z hlediska provedení:



1. **obalové** – teploměry mající tenkostěnnou kapilární trubičku, která je se stupnicí zatavena do skleněného pláště

2. **tyčinkové** – silnostěnné kapiláry, ve spodní části s rezervoárem rtuti; křehčí než obalové, ale přesnější – stupnice vyznačena ve stěně kapiláry

Teploměry se kalibrují podle účelu použití v **různých teplotních rozsazích**, např. lékařský teploměr $35 - 42\text{ }^{\circ}\text{C}$, venkovní teploměr -30 až $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Rtuťové teploměry lze **použít i k měření vyšších teplot**, cca do $750\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tyto teploměry mají prostor nad rtuťí naplněný inertním plynem (CO_2 nebo N_2) pod vysokým tlakem 5 MPa . Pokud použijeme křemeného skla, lze tyto teploměry použít do $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, křemenné teploměry pro vyšší teploty nad $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ se plní galiem.

○ kapalinová teploměry pro měření nízkých hodnot (teplot)

- jako náplň se používán např. alkohol, toulén, pentan
 - ethanol do teploty ($-60\text{ }^{\circ}\text{C}$)
 - toluén do teploty ($-90\text{ }^{\circ}\text{C}$)
 - pentan do teploty ($-200\text{ }^{\circ}\text{C}$)
- pro lepší odečítání tyto kapaliny barvíme

✓ Kontaktní (spínací) regulační teploměr

- má dvě stupnice; dolní stupnice – vlastní teploměr, horní stupnice – pro nastavení teploty, při které teploměr spíná
- zapojen v regulačním obvodu; použití např. v termostatech

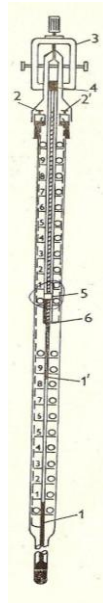
princip: tyto teploměry jsou vybaveny spínacími kontakty a mohou tak podle nastavené teploty - pokud je dosažena - zapnout různé přístroje nebo zařízení (např. žárovku, ventilátor nebo topení).

(jestliže teplota dosáhne hodnoty nastaví horní stupnice – teploměr rozeptne vyhřívací okruh; klesne-li teplota pod danou teplotu, teploměr sepne vyhřívací teplotu)

✓ Spínací kovový teploměr

- základem je monometalická tyč (tyč z invaru – slitina Fe a Ni) zasunutá do mosazné trubice (slitina má malý koeficient tepelné roztažnosti, mosaz velký koeficient)

princip: pracují na principu roztažnosti kovové tyče se zvyšováním teploty; používáme je např. v horkovzdušných sterilizátorech k regulaci teploty



Kontaktní spínací teploměr

- 1 – rtuť, 1' – platinový kontakt, 2, 2' – vývody,
3 – otáčivý magnet k nastavení teploty,
4 – železná destička s vřetenem, 5 – matice,
6 – ložisko šroubového vřetene

9. Sušení

a) Exsikátory



Sušící činidla – látky mající schopnost odnímat vodu ze svého okolí, např. tvorbou hydrátů, chemickou reakcí s vodou nebo prostou adsorpcí.

K sušení roztoků v organických rozpouštědlech se často používají bezvodé anorganické soli, které působením vody vytvoří krystalický hydrát (např. Na_2SO_4 , MgSO_4 , CaCl_2), jako náplň do exsikátorů se často používá P_4O_{10} , který reakcí s vodou vytváří polymerní H_3PO_4 , dále pecičky alkalických hydroxidů (odsávají ze vzduchu i CO_2), koncentrovaná H_2SO_4 (nevýhoda - kapalná náplň – manipulace s exsikátorem nebo silikagel).

b) Sušárny (horkovzdušné sterilizátory)

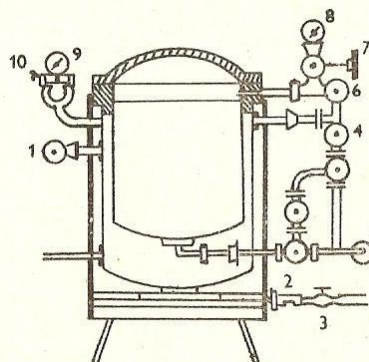


c) Vakuová sušárna →

d) Autokláv (parní sterilizátor)

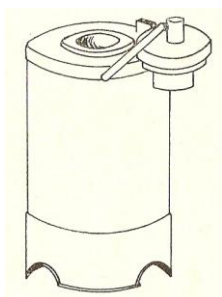


Schéma autoklávu 1 — pára, 2 — výpust páry, 3 — plynový hořák (nebo elektrické vyhřívání), 4 — vývěva, 5 — vakuum, 6 — sterilizace, 7 — od-vzdušnění, 8 — manovakuometr, 9 — manometr, 10 — pojistný ventil



d) Pece

✓ muflová a kelímková pec



Kelímková pec



Muflová pec



e) Infrazářiče



10. Odpařování

✓
✓

Způsoby odpařování

→ aby nedošlo ke ztrátám přetékáním krystalů přes okraj, vkládá se porcelánová odpařovací miska do větší hlubší misky (tzv. *pojistná miska zamezující vzlínání odparku po stěnách*), kterou zahříváme → při tomto uspořádání je vnitřní odpařovací miska zahřívána více na okrajích než uprostřed a na okraji se vytvoří stálá hranice, nad kterou odparek nestoupá.



Pojistná miska zamezující vzlínání odparku po stěnách

Hořlavé látky

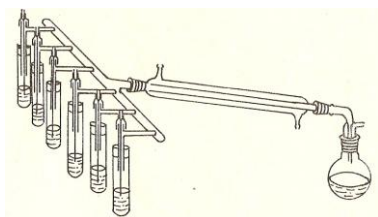
Biologický materiál

Odpařování roztoků:

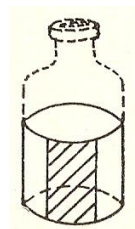
✓ V_{roztoku} do 0,5 ml:

✓ V_{roztoku} 0,5 – 2 ml:

✓ $V_{\text{roztoku}} 1 - 5 \text{ ml:}$



Hřebenová odparka



Eluční kalíšek

Lyofilizace (tzv. sušení vymrazováním)

= vysušování bílkovinných roztoků, buněk, tkání a jiných biologických materiálů ve zmrazeném stavu ve vakuu tak, že nedochází k denaturaci bílkovin. Vysušený materiál (antisérum, antigen) se může uchovávat při pokojové teplotě nebo v lednici. Jeho biologické charakteristiky se přitom nemění.

Sušení vymrazováním je nejšetrnější metodou přípravy suchých látek. Při sušení vymrazováním se využívá fyzikálního jevu sublimace ledu, t.j. bezprostředního přímého přechodu z pevné fáze do fáze plynné.

Pro vysušování se vloží připravená látka ve zmrzlém stavu do vakuové komory, nebo do prostoru s vakuovou komorou spojeného. Za vakua sublimací ledu uvolněná vodní pára se zachytává namrzáním na ledovém kondenzátoru, vychlazeném na velmi nízkou teplotu, označovaném také jako „čerpadlo vodních par“. Z toho vyplývá, že úkolem vakuového čerpadla je odčerpání vzduchu z vakuové komory nebo připojeného prostoru, nikoliv však odčerpání uvolněných vodních par. Aby se sublimace ledu rozeběhla, musí mu být přivedena energie. Dosahuje se toho při sušení v zábrusových baňkách vně vakuové komory účinkem mnohem vyšší teploty okolí (přímé kontaktní teplo), při sušení na nevyhřívaných plošinách uvnitř vakuové komory účinkem zářivého tepla a na vyhřívaných plošinách přímým přechodem tepla. Jestliže je vysušovaná látka úplně zbavena „volné“, t.j. veškeré chemicky nevázané vody, může se za vysokého vakua docílit i oddělení krystalické vody. Tato část procesu vysušování látky se označuje jako dosušování.

Vakuová rotační odparka – slouží k odpaření rozpouštědel z reakční směsi nebo z chromatografických frakcí



11. Rozpouštění látek, roztoky

Roztok

Složení roztoku

Druhy roztoků

✓ dle skupenství

✓ velikosti částic

- dle toho, zda se za daných podmínek (teploty, tlaku) v roztoku daná látka rozpouští či ne, mluvíme o **roztocích nasycených nebo nenasycených**:

✓ nasycený roztok

✓ nenasycený roztok

Rozpouštědlo

✓ *polární*

✓ *nepolární*

12. Rozpustnost látek

Jednou z významných vlastností sloučenin, a to jak organických, tak anorganických, je jejich **rozpustnost** v různých rozpouštědlech, zvláště pak ve vodě. **Voda** jako silně **polární kapalina** rozpouští látky, které mají rovněž **polární charakter**. Řada látek se rozpouští ve vodě dobře (např. dusičnan draselný), některé méně (chlorid draselný) a jiné tak málo, že je podkládáme za prakticky nerozpustné (např. kovy, jodid stříbrný apod.).

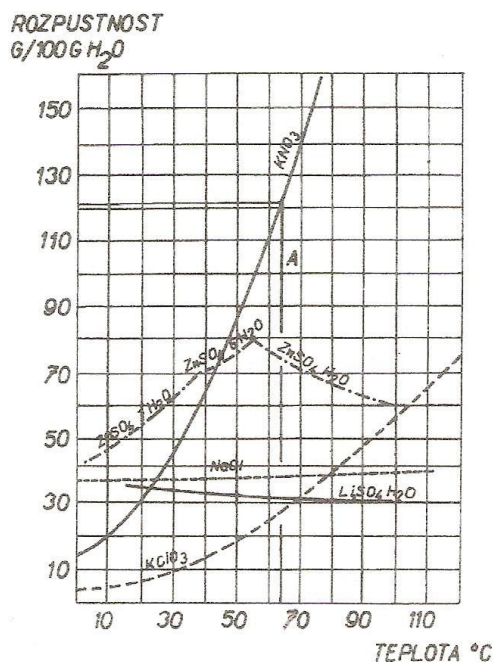
Rozpustnost látek závisí na teplotě. Látky, jejichž **rozpustnost** se stoupající teplotou **vzrůstá**, **spotřebovávají** při rozpouštění **teplo**, naopak látky, u nichž **rozpustnost** se stoupající teplotou **klesá**, při rozpouštění **teplo uvolňují**.

Rozpustnost látek udáváme:

1. počtem gramů látky, rozpuštěné ve 100 g rozpouštědla;
2. počtem gramů látky, rozpuštěné ve 100 g roztoku;
3. počtem gramů látky, rozpuštěné ve 100 ml roztoku;
4. počtem dílů rozpouštědla, potřebných k rozpuštění jednoho dílu látky.

Závislost rozpustnosti na teplotě vyjadřujeme **křivkami rozpustnosti**.

výhoda křivek:
.....
.....



Křivky rozpustnosti

Podmínky pro sestrojování grafů:

- milimetrový papír
- minimální velikost 10 x 10 cm
- graf musí být uprostřed – o jaký graf se jedná
- bod = bezrozměrná veličina
- ořezaná tužka
- graf přilepen v rozích
- je-li grafem přímka – použít pravítko, je-li grafem křivka – křivítko
- osy musí být popsány zkratkou veličiny + v hranaté závorce jednotka, na konci osy musí být šipka ve směru stoupající veličiny
- na osách musí být vyznačeny „hraniční hodnoty“
- zvýrazněno odečítání výsledků u vzorků
- přímkou a eventuálně křivkou musí být body proloženy (nesmí být spojeny „lomeninou“)

Hodnoty rozpustnosti látek se nachází -

Jsou zde uveden hodnoty při teplotách -

13. Složení roztoků

1) Hmotnostní zlomek

2) Objemový zlomek

3) Látková koncentrace

4) Hmotnostní koncentrace

I. Výpočty s použitím hmotnostního a objemového zlomku

- 1) Mořská voda obsahuje 3,5 % soli. Kolik kg soli získáme odpařením 250 kg mořské vody?
- 2) Ve 120 g roztoku je rozpuštěno 1,5 g kyseliny borité. Kolika % je roztok?
- 3) Připravte 250 g 8 % roztoku sody. Kolik g sody, která má 4 % nečistot je třeba na přípravu tohoto roztoku?
- 4) Vypočítejte hmotnost 15 % roztoku K_2SO_4 , který připravíme rozpuštěním 20 g K_2SO_4 .
- 5) Kolik g NaOH je třeba na přípravu 350 g 10 % roztoku NaOH?
- 6) Jaké je složení roztoku v %, který připravíme rozpuštěním 5 g KI ve 120 cm³ vody?
- 7) Ve 160 cm³ roztoku je 50 cm³ čistého ethanolu. Vypočítejte objemový zlomek a obj. procento tohoto roztoku.
- 8) Alkoholický nápoj obsahuje 40 objemových % ethanolu. Kolik čistého ethanolu (cm³) a kolik vody (cm³) obsahuje 600 cm³ tohoto nápoje?
- 9) Směs plynů obsahuje 110 m³ SO₃, 5 m³ SO₂, 15 m³ O₂ a 280 m³ N₂. Určete objemové procento pro SO₂.

II. Výpočty s použitím látkové a hmotnostní koncentrace

- 1) Jaká je molarita roztoku, který obsahuje 4,24 g Na₂CO₃ ve 200 cm³ roztoku?
- 2) Kolik g Na₂CO₃ · 2H₂O je třeba navážít na přípravu 500 cm³ roztoku o koncentraci 0,5 mol/l?
- 3) Roztok v injekční stříkačce o objemu 100 cm³ obsahoval 50 mg aktivní látky. Vypočítejte hmotnostní koncentraci aktivní látky v mg/cm³.
- 4) V 0,8 l roztoku je přítomno 62 g CuSO₄. Vypočítejte jeho látkovou koncentraci.
- 5) Jaký objem roztoku o koncentraci 0,5 mol/l připravíme rozpuštěním 25 g chlorečnanu draselného?
- 6) Kolik g KOH je třeba na přípravu 225 cm³ roztoku o $c = 0,2$ mol/l?
- 7) Jaká je látková koncentrace roztoku, který v 1500 cm³ obsahuje 40 g NaOH?
- 8) Kolik g (COOH)₂ · 2H₂O je třeba navážít na přípravu 400 cm³ roztoku o $c = 0,25$ mol/l?

III. Zjištění hustoty určitého roztoku z tabulek

Příklad: Jaká je hustota 7 % roztoku NaBr,

z tabulek hustot $\rightarrow$ p 5 % 1,04 g/cm³
10 % 1,08 g/cm³
 $\Downarrow$
na rozdíl 5 % je rozdíl 0,04
 $\Downarrow$
na 1 % je rozdíl 0,008
na 2 % je rozdíl 0,016
p = 5 % 1,04
7 % 1,04 + 0,016 = **1,056 g/cm³**

1) Vypočítejte hustotu 65% kyseliny dusičné a 25% kyseliny chlorovodíkové.

IV. Výpočty roztoků kyselin [c]

- 1) Kolik cm³ kyseliny dusičné je třeba na přípravu 500 cm³ roztoku o c = 0,5 mol/l? K dispozici je 65 % kyselina.
- 2) Kolik cm³ kyseliny sírové je třeba na přípravu 740 cm³ roztoku o c = 1 mol/l? K dispozici je 96 % kyselina.
- 3) Kolik cm³ 25 % kyseliny HCl je třeba na přípravu 200 cm³ roztoku o c = 0,2 mol/l?
- 4) Kolik cm³ kyseliny sírové je třeba na přípravu 500 cm³ roztoku o c = 0,05 mol/l? K dispozici je 98 % kyselina.

V. Přepočet koncentrace roztoku a hmotnostní procentuality

- 1) Kolika molární je 0,9 % roztok chloridu sodného?
- 2) Kolika procentní je 0,1 molární roztok Na₂SO₄ · 10 H₂O?
- 3) Vypočítejte, kolikaprocentní je roztok kyseliny dusičné o látkové koncentraci c = 5,6 mol/l, jestliže její hustota je 1,18 g/cm³.
- 4) Jaká je látková koncentrace 12 % roztoku H₂SO₄, jestliže je hustota 1,08 g/cm³?

VI. Příprava roztoku

1) z bezvodé látky a vody

Kolik g NaOH a kolik cm³ vody je třeba použít k přípravě 500 g 20 % roztoku NaOH?

2) z krystalhydrátu a vody

Kolik g Na₂CO₃ · 10H₂O je třeba použít k přípravě 1 dm³ 10 % roztoku Na₂CO₃ o p = 1,124 g/cm³?

VII. Výpočty s použitím směšovací rovnice (rovnice látkové bilance)

- ředění (w₂ = 0), zahušťování (w₂ = 1) a směšování roztoků

VIII. Výpočty s použitím křížového pravidla

- 1) V jakém poměru smísíme 30 % roztok H_2O_2 s vodou, abychom získali 3 % roztok?
- 2) Vypočítejte, jak se připraví 2 kg 15 % roztoku z 5 % a 30 % roztoku.
- 3) Kolik g pevného KOH je třeba přidat ke 100 g 25 % roztoku, abychom získali 40 % roztok?
- 4) Kolik g NaCl je třeba přidat ke 100 g 20 % roztoku, abychom získali 25 % roztok?
- 5) Kolika ml vody je nutné zředit 300 g 96 % roztoku ethanolu vodou, abychom připravili roztok s hmotnostním zlomkem 0,40?
- 6) Kolik cm^3 vody je třeba přidat ke 100 cm^3 roztoku NaOH o $c = 1 \text{ mol/l}$, abychom připravili roztok o $c = 0,05 \text{ mol/l}$?
- 7) Kolik cm^3 50 % HNO_3 ($\rho = 1,31 \text{ g/cm}^3$) je třeba na přípravu 1000 cm^3 10 % roztoku HNO_3 ($\rho = 1,05 \text{ g/cm}^3$).

Procvičování chemických výpočtů (roztoky)

- 1) Ve 100 g vody bylo rozpuštěno 50 g NaOH. Vypočítejte hmotnostní zlomek roztoku.
- 2) Kolik g NaOH je třeba na přípravu 500 g 5 % roztoku.
- 3) Připravte 500 g 4 % roztoku K_2CO_3 . kolik g 95 % K_2CO_3 je třeba na jeho přípravu.
- 4) Kolik ml 30 % kyseliny chlorovodíkové je třeba na přípravu 1000 ml 5 % roztoku kyseliny.
- 5) Kolik ml ethanolu je třeba na přípravu 2 l 40 % roztoku?
- 6) Kolik g KOH je třeba na přípravu 3 l roztoku o koncentraci 0,1 mol/l?
- 7) Jaký je objem roztoku o koncentraci 0,5 mol/l, který lze připravit ze 17 g dusičnanu stříbrného?
- 8) Kolika molární je roztok, jestliže v 5 l roztoku je rozpuštěno 28 g KOH?
- 10) Kolik g 5 % roztoku je třeba přidat ke 100 g 50 % roztoku, aby vznikl 20 % roztok?
- 11) Kolik ml vody je třeba smíchat s 500 g 40 % roztoku H_2SO_4 , aby vznikl 15 % roztok kyseliny?
- 12) Jaké množství (ml) 25 % HCl je třeba na přípravu 2 l 10 % HCl?
- 13) Jaké je koncentrace ($w(\%)$) H_2SO_4 , která vznikne smícháním 120 g 96 % a 500 g 10 % H_2SO_4 ?
- 15) Kolik % HNO_3 je obsaženo v kyselině dusičné o hustotě $1,36 \text{ g/cm}^3$, jestliže v 1 l je obsaženo 0,8 kg HNO_3 ?
- 16) Vypočítejte hmotnost dekahydrátu uhličitanu sodného a vody potřebnou na přípravu 800 g 15 % roztoku uhličitanu sodného.
- 17) Připravte 1000 ml 20 % H_2SO_4 , k dispozici je 96 % a 5 % kyselina sírová.
- 18) K přípravě 1500 g roztoku KOH o $w = 0,2$ byl použit KOH, který obsahuje 2,5 % nečistot. Vypočítejte jeho hmotnost (g) objem vody (ml) potřebnou na přípravu tohoto roztoku
- 19) Vypočítejte, jaký objem koncentrované HCl o $w = 0,36$ a hustotě $1,18 \text{ g/cm}^3$ odměříme při přípravě:
1,5 l roztoku, v němž je látková koncentrace 1 mol/l
1,5 l 20 % roztoku o hustotě $1,1 \text{ g/cm}^3$
- 20) Jaké je složení roztoku v %, smícháme-li 120 mg bromidu draselného a 100 cm^3 vody?
- 21) V kolika ml je třeba rozpustit 20 g chloridu sodného, aby vznikl 20 % roztok?
- 22) Jak se připraví 200 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l, je-li k dispozici 30 % kyselina?

- 23) V 600 g vodného roztoku methanolu je obsaženo 63,5 g methanolu. Složení tohoto roztoku vyjádřete objemovou a hmotnostní procentualitou.
(hustota roztoku methanolu = $0,9808 \text{ g/cm}^3$, hustota methanolu = $0,7917 \text{ g/cm}^3$)
- 24) Vypočítejte objem 30 % kys. dusičné potřebný na přípravu 1000 ml roztoku o koncentraci 2 mol/l.
- 25) Kolik g hydroxidu sodného je třeba na 500 ml přípravu roztoku o $c = 0,2 \text{ mol/l}$?
- 26) Vypočítejte, jak se připraví 2 kg 15 % roztoku z 5 % a 30 % roztoku.
- 27) Kolik ml kys. dusičné o hmotnostním zlomku 0,5 je třeba na přípravu 1 l 10 % roztoku?
- 28) Kolik g hydroxidu sodného je třeba na přípravu 500 ml 15 % roztoku?
- 29) Kolik ml 80 % kys. sírové je třeba na přípravu 1,5 l 10 % roztoku?
- 30) Kolik ml 15 % kys. chlorovodíkové je třeba na přípravu 2 l roztoku o $c = 0,1 \text{ mol/l}$?
- 31) Kolika % roztok vznikne smícháním 140 g 2 % roztoku a 60 g 5 % roztoku?
- 32) Kolika % roztok vznikne, přidáme-li ke 300 ml 15 % roztoku kys. chlorovodíkové 120 ml vody?
- 33) Kolik g pevného KOH je třeba přidat ke 100 g 25 % roztoku, aby vznikl 40 % roztok?
- 34) Kolik ml vody, je třeba přidat ke 100 ml roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 0,1 mol/l, aby vznikl roztok o koncentraci 0,05 mol/l?
- 35) 2 ml roztoku kys. octové o $c = 0,2 \text{ mol/l}$ doplníme do celkového objemu 10 ml vodou. Jaká je výsledná koncentrace tohoto roztoku?
- 36) Jaké je složení roztoku v %, který vznikl rozpuštěním 20 g KOH v 80 ml vody?
- 37) Kolik g KOH je třeba na přípravu 200 g 35 % roztoku?
- 38) Jaká je látková koncentrace roztoku, který obsahuje 52 mg NaOH rozpuštěných ve 150 ml roztoku?
- 39) Kolik g NaOH je třeba na přípravu 3 l 10 % roztoku?
- 40) V kolika g 6 % roztoku je obsaženo 12 g NaCl?
- 41) V kolika ml 6 % roztoku NaCl je obsaženo 12 g NaCl?
- 42) Jaké je složení roztoku v %, který připravíme rozpuštěním 35 g NaCl v 200 ml vody?
- 43) Rozpuštěním 50 g NaOH byl připraven:
a) roztok, v němž hmotnostní zlomek byl 0,15 a hustota $1,09 \text{ g/cm}^3$
b) roztok, v němž látková koncentrace je 1 mol/l
- Vypočítejte objemy těchto roztoků.
- 44) Vypočítejte hmotnost dodekahydrátu uhličitanu sodného a objem vody potřebný na přípravu 800 g 15 % roztoku uhličitanu sodného?
- 45) Jakou látkovou koncentraci má 20 % roztok kyseliny chlorovodíkové ($\rho = 1,14 \text{ g/cm}^3$)?
- 46) Kolika % je roztok kys. dusičné o koncentraci 5,6 mol/l ($\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$)?

ZÁKLADNÍ IZOLAČNÍ TECHNIKY

14. FILTRACE

Filtrační přepážka

Druhy:

1. Vláknité – filtrační papír

Rozdělení:

- dle použití:

✓

✓

✓

✓

- dle způsobu dodání:

✓

✓

- dle velikosti póru a hustoty (označení barevnými pruhy):

✓

✓

✓

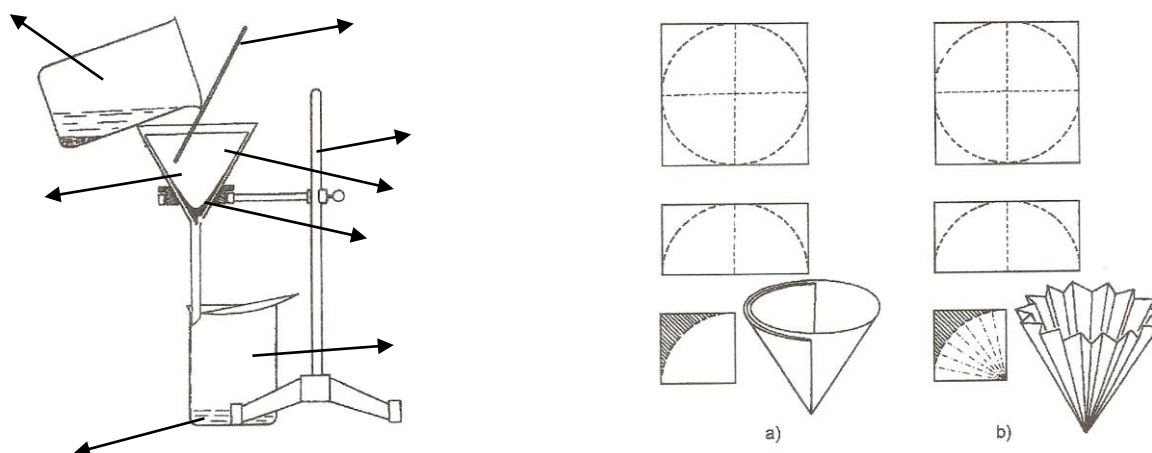
2. Slinuté sklo (sintr)

3. Textilní přepážka

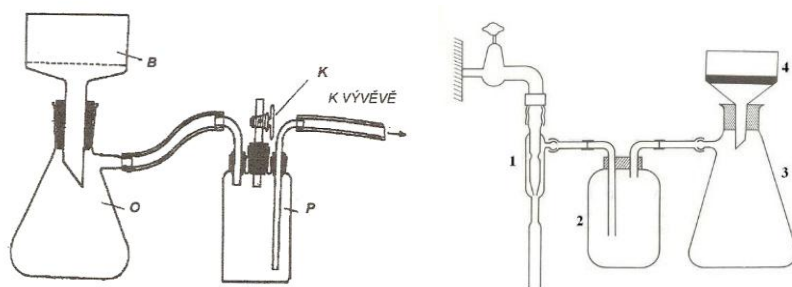
Filtrační postupy

Druhy filtrace:

1) Jednoduchá filtrace – za atmosférického tlaku



2) Vakuová filtrace – za sníženého tlaku



2) Filtrace za horka

- používá se k filtraci látek, které při běžné teplotě tuhnou (např. želatina 25 °C)
- nálevku vkládáme do kovového pouzdra, které má dvojité stěny mezi kterými je horká voda

15. SUBLIMACE

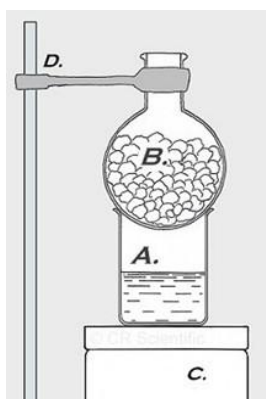
rychlost sublimace lze ovlivnit

.....

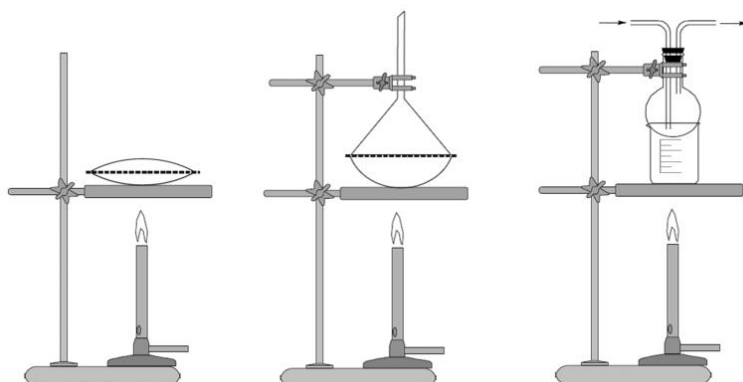
.....

Desublimace

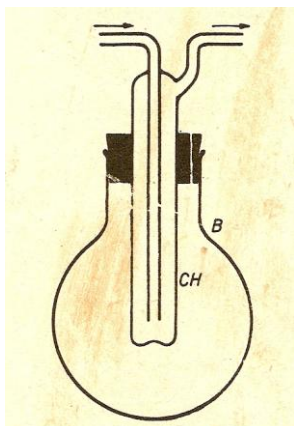
→jednoduchá sublimační zařízení:



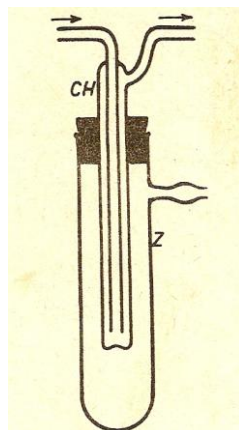
- další způsoby sublimace:



Aparatura s vodním chlazením



Aparatura pro vakuovou sublimaci



Sublimující látky

16. KRYSTALIZACE

Provedení: Znečištěná látka se rozpustí v optimálním množství zvoleného rozpouštědla, mechanické nečistoty se odfiltrují a rozpuštěná látka se provede se krystalizace. Vyloučené krystaly se oddělí od kapalného zbytku (matečného louhu), promyjí se a vysuší – exikátor, vakuová sušárna.

→ *dle způsobu dosažení krystalů rozdělujeme krystalizaci:*

1) Krystalizace chlazením (změnou teploty)

2) Krystalizace odpařením části rozpouštědla (změnou objemu rozpouštědla)

3) Krystalizace změnou rozpustnosti

4) Vysolování

17. EXTRAKCE

a) Extrakce pevných látek

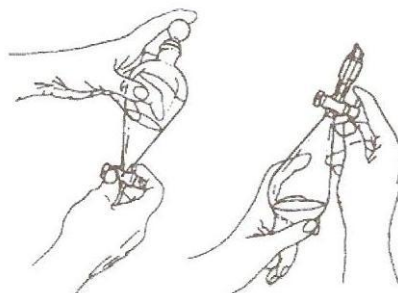
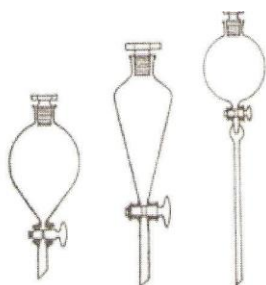
✓ *Macerace*

✓ *Digesce*

✓ *Perkolace*

b) Extrakce kapalin (vodných roztoků)

✓ *Vytřepávání*



postup

→ do dělící nálevky nalít rozpouštědlo a roztok, nálevku zazátkovat a protřepat (přidržení zátky z důvodu nevypadnutí)

→ k vytřepávání se obvykle používají rozpouštědla s vysokou tenzí par (éter, petroléter), proto je třeba dělící nálevku občas „odvzdušnit“ tak, že ji obrátíme dnem vzhůru a opatrně otočíme kohoutkem, čímž se tlak vyrovná

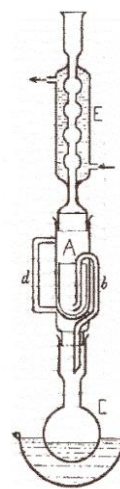
→ nejčastější rozpouštědla např. éter, chloroform, cyklohexan, benzen aj. organická rozpouštědla

→vhodné je provádět vytřepávání z roztoku několikrát, vždy s malým množstvím rozpouštědla (tzv. *opakovaná extrakce*) - účinnější způsob než *jednorázové vytřepávání* s celým množstvím rozpouštědla najednou

→po skončení vytřepávání necháme dělicí nálevku nějaký čas v klidu stát (umístěna v železném kruhu), kdy po určité době dojde k rozdělení obou kapalných fází a poté následně ostře oddělíme spodní fázi

!!! během oddělování kapalných fází v dělicí nálevce je nutno uvědomit si hustoty obou látek a ve které fázi je extrahovaná látka, abychom ji pak po oddělení omylem nevyhlili

Extrakční zařízení



Využití extrakce:

- 1)
- 2)
- 3)

18. DESTILACE

→používá se k

→při destilaci se kapalná látka převádí zahříváním na bod varu do plynného skupenství, unikající páry se chladí a přecházející kapalina se jímá do oddělené nádoby (předlohy)

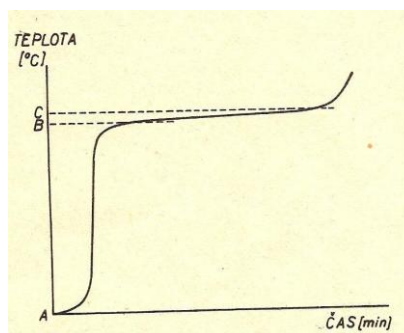
Bod varu je teplota, při kterém se tlak (tenze) nasycené páry kapaliny právě rovná vnějšímu tlaku.

Závislost teploty par destilující kapaliny na čase během destilace

A – B ... níže vroucí podíl

B – C ... střední frakce

C – D ... výše vroucí podíl



Látky, jimiž je kapalina znečištěna, mohou mít buď nižší bod varu (těkavější) nebo vyšší (méně těkavé) kapaliny nebo rozpuštěné tuhé látky). Znečištěniny s nižším bodem varu tvoří proto *první (nižší frakce) podíl* destilátu, kdežto nečistoty s vyšším bodem varu než má destilovaná kapalina zůstávají jako konečný podíl (*vyšší frakce*) ve frakční baňce. Proto při destilaci oddělíme první podíl destilátu, zvláště jímáme pouze tzv. **střední frakci** a destilaci ukončíme dříve, než oddestiluje všechna kapalina, aby z frakční baňky nezačaly destilovat méně těkavé nečistoty, které tam zbyly.

Během destilace je nutné pečlivě sledovat vzrůst teploty. **Střední frakci** začneme jímát do čisté předlohy při konstantní teplotě a destilaci okamžitě ukončíme jakmile se teplota začne zvyšovat

Druhy destilace

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

Destilát =

Destilační přístroj = zařízení, v němž probíhá destilace; jeho hlavní součásti jsou:

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

Při zahřívání kapalin může dojít k tzv. **utajenému varu**, tj. k přehřátí kapaliny na bod varu, aniž nastane viditelný var (vývoj par v celém objemu kapaliny); dojde-li potom k varu, bývá velmi prudký a kapalina vystříkne z varné baňky až do chladiče a znečistí destilát.

Kapalina se přehřeje tehdy, je-li z ní vypuzen vzduch dříve, než nastane var. Pokud je v kapalině dostatek vzduchových bublinek, stanou se centrem klidného vývoje par uvnitř kapaliny, vzduchová bublinka se nasytí parou, rychle zvětšuje svůj objem a stoupá k povrchu kapaliny.

Utajenému varu lze zabránit přidáním do destilační nádoby předmětů, které na svém povrchu zadržují vrstvičku vzduchu (varné kaménky, úlomky porézních keramických hmot, skleněné kapiláry) nebo tím, že pod povrch zahříváné kapiláry zavádíme proud plynu tj. vodní páry nebo vzduchu (vakuová destilace, d. s. vodní parou)

→ části destilačního přístroje jsou spojené pomocí zátek nebo zábrusů

→ destilační nádoby se plní max. do 2/3 celkového objemu

→ zdroj tepla musí být upraven tak, aby byl stejnoměrně ohříván celý objem kapaliny; nečastěji se proto užívá vzdušných, vodních, olejových nebo parafrinových lázní

→ teploměr tak dlouhý, aby nádobka se rtutí byla asi 10 mm pod postranním vývodem destilační baňky

→ volba chladičů se řídí teplotou varu látky; protiproudový systém chlazení

I. Destilace za atmosferického tlaku - jednoduchá

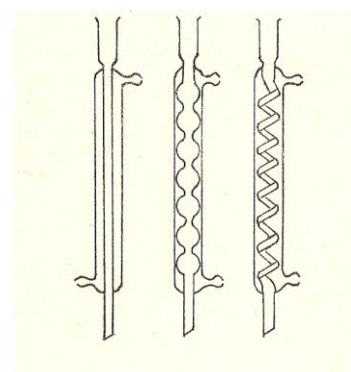
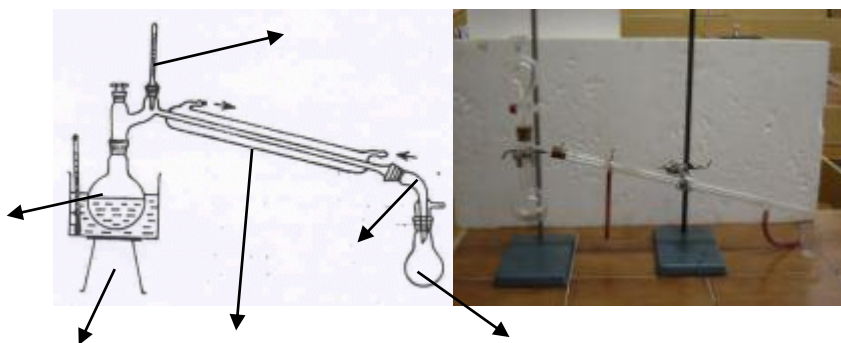
→
.....
.....

→ destilační nádoby – **frakční baňky** (tenkostěnná baňka s kulatým dnem a odvodní trubicí)
Kapalina se v ní zahřívá a teplota jejích par se měří **teploměrem** zasunutým do zátky uzavírající hrdlo frakční baňky. Páry se vedou do **Liebigova sestupného chladiče**, kde se kondenzují a **alonzí** stékají do předlohy (kádinka nebo baňka).

→ jednotlivé části aparatury spojené dohromady pomocí korkových nebo gumových zátek

→ k zabránění utajeného varu se do frakční baňky přidávají varné kamínky

!!! nikdy neoddestilovat všechnu kapalinu, frakční baňka by mohla prasknout



Chladiče

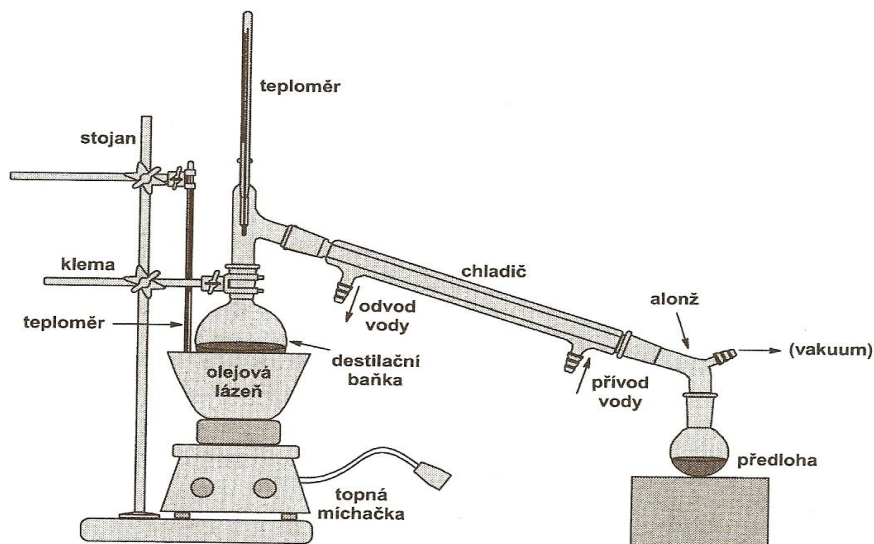
II. Destilace za sníženého tlaku (vakuová)

→

.....

→ **snížení tlaku** způsobí, že tenze par kapaliny se s okolním tlakem vyrovná při nižší teplotě – **sníží se tedy teplota varu kapaliny**

!!! používat baňky s kulatým dnem

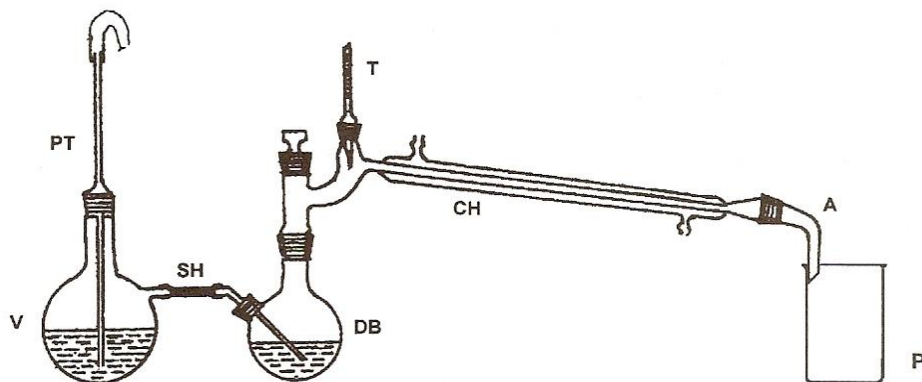


III. Destilace s vodní parou

→ používá se

.....

.....



Aparatura pro destilaci s vodní parou (V – vyvíječ vodní páry, PT – pojistná trubice, DB – destilační baňka, CH – chladič, A – alonž, P – předloha – kádinka, T – teploměr, SH – hadice ze silikonového kaučuku)

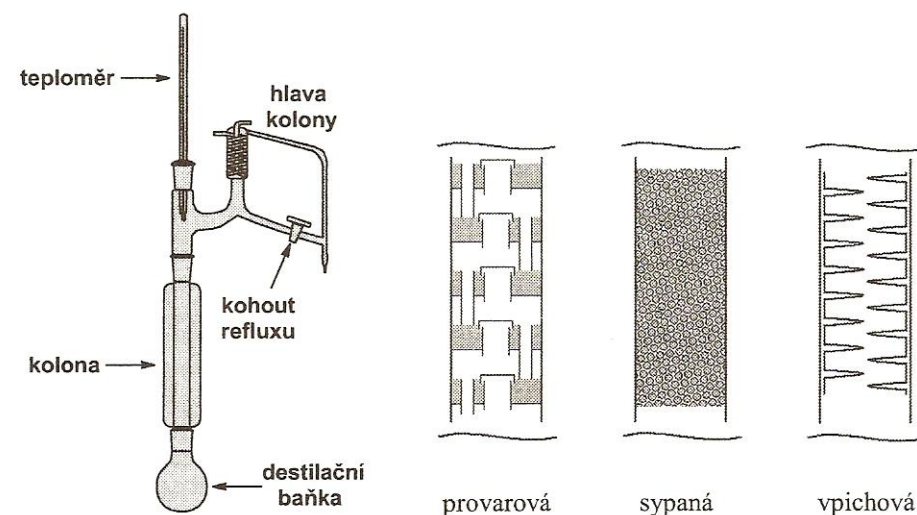
→**způsob provedení:**

- ke dnu **destilační baňky** se směsí surové látky s vodou se trubicí přivádí vodní pára
- k vyvíjení vodní páry slouží předřazená **vícehrdlá baňka**; jedním hrdlem vyvíječe prochází **pojistná trubice** (přímá trubice délky alespoň 80 cm), jejíž dolní konec je těsně nad dnem vyvíječe, druhým je pomocí krátké hadičky (trubičky) vedena vznikající pára do baňky s destilovanou vodou
- pára vytvořená varem vody ve **vyvíječi** ohřívá a současně promíchává obsah destilační baňky, a unáší páru destilované látky do **chladiče**
- **varné kamínky přidáváme do vyvíječe, nikoli do destilační baňky**
- destilujeme tak dlouho, dokud je destilát heterogenní (tj. obsahuje dvě kapané fáze)

IV. Frakční destilace

→používá se k **dělení látek s blízkými body varu**

→tuto destilaci provádíme v aparatuře, která umožňuje, aby se část zkondenzovaných par kontinuálně vracela do destilační baňky stékáním proti proudu par a tak docházelo k neustálému vypařování a kondenzaci; jedná se tak o opakovanou destilaci nebo-li **rektifikaci**, kterou provádíme v destilačních (rektifikačních kolonách).



Destilační aparatura pro rektifikaci

Znázornění vnitřku rektifikačních kolon

Destilovaná a redestilovaná voda

- destilovanou vodu lze připravit; tato voda nemusí být vždy čistá, může obsahovat různé nečistoty (stopy organických látek, amoniak ...)
- čistější a kvalitnější vodu lze získat (před opakovanou destilací se do vody přidává alkalický roztok KMnO_4)
- k výrobě kvalitní redestilované vody se používají
- **redestilovaná voda má vodivost $2 - 3 \mu\text{S/cm}$** ; s použitím křemenné aparatury dosahujeme vodivosti **$0,4 - 1 \mu\text{S/cm}$** (čím je voda čistší, tím méně obsahuje solí a je méně vodivá).

Demineralizovaná voda

.....

Nečistota	Přípustná koncentrace	Způsob stanovení
Soli alkálií	ve 100 ml max. 1 mg odparku	Odpaření do sucha
Amonné soli	0,17 mmol NH ₃ (0,003 mg/100ml)	Nesslerovo činidlo
Vápenaté soli	reakcí nepozorovatelné stopy	NH ₃ a št'avelan sodný
Těžké kovy (Pb, Ag ...)	reakcí nepozorovatelné stopy	NH ₃ a Na ₂ S
Chloridy	0,011 mmol Cl ⁻ (0,04 mg/100 ml)	HNO ₃ a AgNO ₃
Volný chlór	0,007 mmol Cl ₂ (10 ⁻⁶ Cl ₂)	o-toluidin
Sírany	0,01 mol	BaCl ₂
Síra	reakcí nepozorovatelné stopy	FeSO ₄
CO ₂	stopy	methylová červeň (m. oranž)
Organické nebo jiné redukující nečistoty	stopy	KMnO ₄

19. MIKROSKOPIE

Mikroskop

Využití

Druhy optických přístrojů

- ✓
- ✓
- ✓
- ✓

Stavba mikroskopu

1) mechanická část

2) optická část

3) osvětlovací zařízení



Postup při mikroskopování

- ✓ upevnit preparát na stolek
- ✓ nastavit nejméně zvětšující objektivu
- ✓ nastavit stolek makrometrickým šroubem do vzdálenosti 1mm od objektivu(DÍVAT SE ZE STRANY!!!!)
- ✓ dívat se do okuláru a šroubem pomalu spouštět stolek – vyhledat objekt
- ✓ doostřit mikrometrickým šroubem
- ✓ prohlédnout celý preparát, vybrat nejlepší část a zvětšit
- ✓ použít větší objektiv

Mikroskopické potřeby

- ✓ rovnou preparační jehlu
- ✓ preparační jehlu se zahnutým hrotem
- ✓ plochou špachtli
- ✓ špachtli na prášek
- ✓ skalpel
- ✓ ostrou preparační pinzetu
- ✓ nůžky s ostrým hrotem
- ✓ podložní a krycí sklíčko

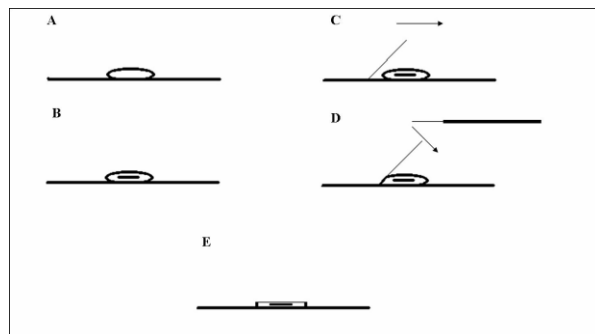


Mikroskopické preparáty

✓

✓

Příprava nativního preparátu



Zvětšení

Mikrokrystaloskopie

Příloha

Hustota roztoků některých kyselin a hydroxidů při 20 °C (g.cm⁻³)

%	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	HClO ₄	H ₃ PO ₄	NaOH	KOH	NH ₃
1	1,005	1,004	1,003	1,005	1,004	1,01	1,01	0,99
5	1,03	1,03	1,02	1,03	1,02	1,05	1,04	0,98
10	1,07	1,05	1,05	1,06	1,05	1,11	1,09	0,96
15	1,10	1,08	1,07	1,09	1,08	1,16	1,14	0,94
20	1,14	1,11	1,10	1,13	1,11	1,22	1,19	0,93
30	1,22	1,18	1,15	1,21	1,18	1,33	1,29	0,90
40	1,30	1,25	1,20	1,30	1,25	1,43	1,40	
50	1,40	1,31		1,41	1,33	1,52	1,51	
60	1,50	1,37		1,54	1,43			
70	1,60	1,41		1,67	1,53			
80	1,73	1,45			1,63			
90	1,81	1,48			1,75			
100	1,83	1,51			1,87			

Hustota roztoků některých anorganických látek při 20 °C (g.cm⁻³)

%	NaCl	NaBr	KI	NaNO ₃	K ₂ CO ₃	K ₂ CrO ₄	H ₂ O ₂
1	1,005	1,006	1,006	1,005	1,009	1,007	1,002
5	1,03	1,04	1,04	1,03	1,04	1,04	1,02
10	1,07	1,08	1,07	1,10	1,09	1,08	1,03
15	1,11	1,12	1,12	1,12	1,13	1,12	1,05
20	1,15	1,17	1,16	1,14	1,19	1,17	1,07
25	1,19	1,22	1,21	1,18	1,24	1,22	1,09
30		1,28	1,27	1,22	1,30	1,28	1,11
35		1,35	1,33	1,27	1,35	1,33	1,14
40		1,41	1,39	1,31	1,41	1,40	
45			1,47	1,37	1,47		
50			1,54		1,54		

Hustota roztoků některých organických látek při 20 °C (g.cm⁻³)

%	HCOOH	CH ₃ COOH	CH ₃ OH	C ₂ H ₅ OH	glukosa	sacharosa
1	1,002	1,001	0,996	0,996	1,002	1,002
2	1,004	1,002	0,995	0,994	1,006	1,006
4	1,009	1,004	0,991	0,991	1,014	1,014
6	1,014	1,007	0,988	0,988	1,022	1,022
8	1,020	1,010	0,985	0,985	1,030	1,030
10	1,025	1,012	0,981	0,982	1,038	1,038
15	1,037	1,021	0,974	0,975	1,058	1,059
20	1,049	1,026	0,967	0,969	1,080	1,081
25	1,060	1,031	0,961	0,962	1,100	1,103
30	1,072	1,038	0,951	0,954	1,120	1,127
40	1,100	1,049	0,934	0,935		1,176
50	1,120	1,057	0,916	0,914		1,230
60	1,140	1,064	0,895	0,891		1,286
70	1,161	1,068	0,871	0,868		1,347
80	1,192	1,070	0,847	0,843		1,412
90	1,205	1,066	0,820	0,818		1,480
100	1,220	1,050	0,792	0,789		

