

3 Chemické laboratórium

Všetky nové poznatky v chémii sa získavajú predovšetkým na základe výsledkov experimentálnej práce, ktorá sa uskutočňuje v chemických laboratóriách. Chemické laboratórium je špeciálne vybavená miestnosť určená na realizáciu prác chemického charakteru. V študentských laboratóriách na výučbu laboratórneho cvičenia z anorganickej chémie študenti pod vedením učiteľa pracujú na experimentoch, ktorých priebeh a výsledok je dobre známy, čo umožňuje správne zhodnotenie získaných výsledkov.

3.1 Základné zariadenia v chemickom laboratóriu

Laboratórny stôl je pracovným miestom, na ktorom experimentátor realizuje laboratórne práce. Povrch stola je pokrytý najčastejšie keramickým obkladom alebo špeciálnym plastovým materiálom. Tieto materiály sú nehorľavé, odolné proti pôsobeniu chemikálií a ľahko umývateľné. Každý laboratórny stôl je vybavený prívodmi studenej i teplej vody, plynu, rozvodom elektrickej energie, elektrickými ističmi a tiež odvodom odpadovej vody. Na konci laboratórneho stola je umiestnená výlevka z materiálu odolného proti pôsobeniu agresívnych chemikálií (napr. glazúrovaná keramika). Pri niektorých výlevkách sa nachádza aj bezpečnostná očná sprcha, ktorá sa používa na dôkladné vymývanie očí zasiahnutými žieravinami alebo látkami s leptajúcimi účinkami (silné kyseliny, silné hydroxidy a pod.). Nad laboratórnym stolom je zvyčajne umiestnená polica na odkladanie literatúry a iných laboratórnych pomôcok počas laboratórnej práce. Pod pracovnou doskou laboratórneho stola sú umiestnené obvykle skrinky s laboratórnym sklom a zásuvky na uskladnenie laboratórnych pomôcok, potrebných na realizáciu základných operácií v chemickom laboratóriu (napr. svorky, držiaky, filtračné kruhy, sklenené tyčinky, tlaky a pod.).

Každé pracovné miesto študenta na laboratórnom stole obsahuje nasledujúce zariadenia: kovový stojan (na uchytenie jednotlivých častí aparátúr), plynový kahan pripojený plynovou hadicou k ventilu prívodu zemného plynu, prívod vody (určený predovšetkým na pripojenie hadice, ktorou prúdi chladiaca voda do chladiča pri zohrievaní s refluxom alebo destilácii), vodnú vývevu (na filtráciu pri zníženom tlaku), ventil na spustenie a reguláciu vákuovej pumpy s vákuovou hadicou (zariadenie na filtráciu pri zníženom tlaku umiestnené pod laboratórnym stolom s rozvodmi vedenými na všetky pracovné miesta obojstranného laboratórneho stola), zásuvky elektrickej energie.

Digestórium je dôležité laboratórne zariadenie určené na prácu s chemickými látkami všetkých skupenstiev, ktoré samotné alebo reakciou s inými chemickými látkami uvoľňujú zdraví škodlivé, toxické či inak nebezpečné alebo nepríjemne zapáchajúce plyny (výpary) a tiež na prácu s horľavými a výbušnými látkami. Laboratórne digestórium obsahuje vertikálne posuvnú (vyťahovaciu) prednú sklenenú (plastovú) priehľadnú tabuľu, cez ktorú po jej zatahnutí možno pozorovať priebeh chemických dejov prebiehajúcich v digestóriu bez

nebezpečenstva poškodenia zdravia experimentátora. Toto dôležité zariadenie chemického laboratória je pripojené na výkonný odsávač, ktorý zabezpečuje odsávanie plynov a pár zvnútra digestória. Odťahovanie plynov a pár sa uskutočňuje cez dva (zvyčajne samostatne zatvárateľné) odťahové otvory. Horným odťahovacím otvorom sa z vnútra digestória odťahujú plyny a pary ľahšie ako vzduch, spodným otvorom, umiestneným tesne nad pracovnou plochou, sa odťahujú plyny a pary ťažšie ako vzduch. Tak ako laboratórny stôl, aj digestorium je vybavené prívodmi vody, plynu, odvodom odpadovej vody a rozvodom elektrickej energie a osvetlením vnútra digestória. Všetky funkcie digestória sa ovládajú mimo vnútorného priestoru, aby v prípade havarijnej situácie bolo možné zasahovať aj bez otvorenia digestória. Pred začatím samotnej práce v digestóriu je potrebné toto zariadenie zapnúť vypínačom elektromotora (umiestnený na vonkajšom ovládacom paneli digestória alebo na stene laboratória). Digestorium účinne zamedzuje úniku zdraviu nebezpečných plynov (výparov) do priestoru laboratória len v tom prípade, ak je čelná sklenená (prípadne plastová) priehľadná tabuľa zatahnutá čo najnižšie tak, aby bolo možné bezpečne pozorovať prebiehajúce chemické deje v priestore digestória. Na účinnejšie odsávanie digestória pri manipulácii (nalievanie, pipetovanie, odmeriavanie kvapalín a pod.) s látkami uvoľňujúcimi nebezpečné, toxické a zdraviu škodlivé plyny je potrebné, aby čelná priehľadná tabuľa digestória bola stiahnutá do takej výšky, aby len ruky experimentátora zasahovali do vnútorného priestoru digestória.

Po ukončení práce v digestóriu najprv všetko použité laboratórne sklo a pomôcky ešte v priestore digestória zbavíme zvyškov nebezpečných chemikálií a až potom ich už mimo digestória čistíme bežnými postupmi. Taktiež očistíme priestor samotného digestória. Nádoby s nebezpečnými chemikáliami v digestóriu dôkladne uzavrieme, zbavíme znečistenia a až potom ich môžeme z digestória vybrať.

Sušiareň je elektricky vyhrievané zariadenie, v ktorom sa sušia chemické látky pri konštantnej teplote v prúde horúceho vzduchu. Používa sa aj na zohrievanie a sušenie laboratórneho skla. Princíp činnosti laboratórnej sušiarne je založený na jemnom gravitačnom prúdení vzduchu v elektricky vyhrievanej komore prístroja. Dvojplášťová konštrukcia komory spolu s riadiacou automatikou zaisťujú homogénne rozloženie teploty v komore, presný priebeh procesov a krátke časy zotavenia (návratu na zvolenú teplotu) po otvorení dverí. Vyznačuje sa ekonomickou prevádzkou. Laboratórne sušiarne pracujú v širokom teplotnom rozsahu, vyznačujú sa presným a spoľahlivým priebehom jednoduchých procesov sušenia a ohrevu materiálu.

Elektrické pece sú laboratórne zariadenia, ktoré sa používajú na uskutočnenie reakcií prebiehajúcich v tuhom skupenstve pri vyšších teplotách. Teplota vo vnútri elektrickej pece sa reguluje elektronicky a je snímaná termočlánkom. Pri časovom plánovaní reakcií využitím elektrickej pece uvážime tepelnú zotrvačnosť tohto zdroja tepla (vyhriatie na 500 °C trvá približne 60 minút). Elektrické pece sú konštruované najčastejšie z celonerezovej konštrukcie, obsahujú aktívne chladený plášť a špičkové izolačné materiály. Toto zariadenie možno využiť napr. na ohrev materiálu na tepelné spracovanie kovu, najrôznejšie skúšky

spekania, stanovenie teploty mäknutia alebo spečenia materiálu, spaľovanie vzoriek, vypaľovanie smaltu a podobne.

Vodné kúpele sú laboratórne zariadenia (umiestnené obvykle v digestóriách) na zahusťovanie vodných roztokov odparovaním. Sú to teplotne regulovateľné kúpele na odparovanie väčšieho počtu vzoriek, v ktorých je ohrevné teleso v priamom kontakte s destilovanou vodou (náplňou kúpeľa). Na odparovanie na tomto zariadení využívame porcelánové odparovacie misky, v ktorých má odparovaná kvapalina veľký povrch. Počas odparovania je potrebné do priestoru pre náplň kúpeľa priebežne dolievať destilovanú vodu, aby sa predišlo prípadnému odpareniu celej náplne kúpeľa. Odparované roztoky nemôžu uniknúť do náplne kúpeľa. V prípade, že sa tak stane, zariadenie treba vypnúť, vyčistiť a naplniť destilovanou vodou.

Chladničky sa v chemickom laboratóriu používajú na uskladňovanie chemikálii, ktoré sú stabilné (nerozkladajú sa) pri teplotách nižších, ako je laboratórna teplota. Chladničky s mrazničkou sa tiež v laboratóriu využívajú na prípravu ľadu a niekedy aj na neizotermickú kryštalizáciu roztokov ochladením nasýtených roztokov pri vyššej teplote na nižšiu teplotu. Do chladničky vkladáme štítkom označené látky (chemický vzorec látky, dátum) a len v uzavretých nádobách.

Vákuová technika sa v laboratórnych podmienkach využíva ako zdroj zníženého tlaku (podtlaku) alebo zvýšeného tlaku (pretlaku) najčastejšie na urýchlenie filtrácie alebo na sušenie a pri destilačných alebo iných deliacich procesoch. Zdroj vákua na bežnú filtráciu a odsávanie používané v študentských laboratóriách nevyžaduje zvláštnu chemickú odolnosť ani presnú reguláciu vákua. Na tento účel postačuje stredný alebo vyšší sací výkon a dobrá odolnosť voči vznikajúcim kondenzátom.

Vývevy sú zariadenia, ktoré sa používajú na zriedovanie vzduchu alebo iných plynov, t. j. znižujúce tlak v uzatvorenom priestore. V študentských laboratóriách sa najčastejšie používajú *vodné vývevy* alebo *membránové vývevy* (nazývané aj *vákuové pumpy*). Tieto zariadenia umožňujú filtráciu za zníženého tlaku. Základný konštrukčný prvok *vodnej vývevy* je dýza. Prúd vody prechádza cez dýzu vývevy. V okolí ústia dýzy prudko stúpne rýchlosť prúdenia vody na úkor tlaku vody, čím vzniká podtlak, pričom sa v smere prúdu vody strháva vzduch. Vodné vývevy môžu byť z plastov, zo skla alebo kovu. Tlak vody pred vývevou musí byť aspoň 0,1 MPa a v závislosti od teploty vody sa dá dosiahnuť absolútny tlak 1,33 – 2,66 kPa. Vodné vývevy sa pripievňujú priamo na vodovodné ventily tlakovou gumenou hadicou. Ich veľkou výhodou je jednoduché použitie a pomerne nízka cena. Naopak, ich veľkou nevýhodou je veľmi veľká spotreba vody a závislosť dosiahnutia daného tlaku od tlaku vody v potrubí.

Membránové vývevy na rozdiel od vodných vývev na vytvorenie podtlaku nepotrebujú prúd vody. Sú napájané elektrickým prúdom (230 V, 50 – 60 Hz) a ich použitím možno podľa konkrétneho typu zariadenia dosiahnuť absolútny medzný tlak až 0,2 kPa. Pri membránových vývevách neprichádza ku kontaktu odčerpávaného prostredia s mechanickým príslušenstvom vývevy, keďže sú

od seba oddelené kmitajúcou membránou. Ak sú membrána a ventily zhotovené z chemicky odolných materiálov, napr. z teflónu, majú univerzálne použitie, keďže ich možno použiť na odčerpávanie chemicky agresívnych látok. Výhodou membránových vývev je skutočnosť, že pracujú bez použitia oleja (na rozdiel od rotačných olejových vývev, ktoré pracujú s olejom, ktorého pary môžu kontaminovať čerpané médium, resp. pary čerpaného média môžu znehodnocovať olejovú náplň vývevy). Keďže prvky konštrukcie, ktoré prichádzajú do kontaktu s čerpaným médium sú väčšinou pasívne, pri prevádzke membránovej vývevy vzniká pomerne malé množstvo tepla, čo uľahčuje prípadnú kondenzáciu pár odsávaných látok na výstupe.

Jednoduché školské laboratórne **stereoskopické lupy** sú v laboratórnych cvičeniach z anorganickej chémie určené najmä na pozorovanie pripravených kryštalických látok, aby sa tak pozoroval daný tvar kryštálov a zhodnotila sa čistota pripravenej chemickej látky. Štandardne sa používajú stereoskopické lupy s možnosťou plynulej zmeny vertikálnej vzdialenosti okulárov od pozorovanej plochy a tiež s možnosťou nastavenia medziodčnej vzdialenosti. Laboratórne stereoskopické lupy sú bežne vybavené osvetľovacími systémami s možnosťou regulácie intenzity dopadajúceho svetla. Rozsah zväčšenia závisí od konkrétneho modelu použitej stereoskopickej lupy (bežne 7 až 45-krát).

Magnetické miešačky sú elektrické zariadenia na regulované miešanie roztokov (kvapalín). Miešanie roztokov sa uskutočňuje prostredníctvom cyklického krúživého pohybu malého magnetického miešadielka, ktoré je v nádobe s miešanou kvapalinou umiestnenou na platni magnetickej miešačky. Magnetické miešačky sú vhodné na miešanie menej viskózných kvapalín. Magnetické miešadielka (tzv. včielky) sú tvorené malými permanentnými magnetmi uloženými v teflónovom púzdre. Z nádoby, v ktorej prebieha miešanie, sa ľahko odstraňujú pomocou odstraňovača miešadielok, čo je magnet zalisovaný v teflónovej tyči. Súčasťou mnohých magnetických miešačiek je i stojan (resp. tyč napr. na uchytenie elektród, teplomera a pod.). Existujú i viacmiestne miešačky umožňujúce súčasné miešanie väčšieho počtu roztokov. Štandardné laboratórne magnetické miešačky umožňujú miešajú kvapalinu aj zahrievať, pričom ohrev možno plynule regulovať. Na nastavenie otáčok a teploty sa používajú dva otočné spínače na ovládacom paneli prístroja s vyznačenou stupnicou. Otáčky miešadla sa štandardne plynulo nastavujú v rozmedzí od 50 do 1500 otáčok za 1 minútu (v závislosti od typu magnetickej miešačky). Otáčky zostávajú stabilné na zvolenej hodnote, i keď v priebehu miešania kolíše viskozita miešanej kvapaliny.

Ohrevné hniezda sú určené na regulovaný elektrický ohrev sklenených varných baniek (obr. 6.10, kap. 6.3). Pre konkrétnu veľkosť (objem) štandardizovanej varnej banky sa používa ohrevné hniezdo zodpovedajúcej veľkosti (objem varnej banky je uvedený na ovládacom paneli ohrevného hniezda).

Na určenie hmotnosti chemických látok sa v chemickom laboratóriu používajú rôzne **váhy**, podľa presnosti s akou potrebujeme vážiť (kap. 5.1.1).

3.2 Materiály používané v chemickom laboratóriu

3.2.1 Chemické sklo a jeho vlastnosti

Najpoužívanejším materiálom, z ktorého sa zhotovujú nádoby a mnohé prístroje pre chemické laboratória, sú rôzne druhy chemického skla. Základnou požiadavkou na chemické sklo je jeho odolnosť proti chemikáliám a zmenám teploty. Všeobecne sú chemické sklá oveľa odolnejšie proti kyselinám ako proti hydroxidom. Zriedené roztoky kyselín na chemické sklá prakticky nepôsobia, na rozdiel od roztokov hydroxidov, ktoré narúšajú sklo, a to tým viac, čím väčšia je ich koncentrácia. Z kyselín rozrušuje sklo len kyselina fluorovodíková, preto ju nemožno uchovávať v sklenených nádobách, ale v plastových.

Sklá predstavujú homogénne, zväčša priehľadné anorganické sústavy, vznikajúce ochladením taveniny príslušného zloženia tak, aby pri tunutí nevykryštalizovala. Sklá sa vyznačujú nízkou mierou usporiadanosti ich vnútornej štruktúry. Látky v sklovitom stave obsahujú tie isté štruktúrne motívy, ktoré sa vyskytujú v kryštalickom stave.

Z hľadiska chemického zloženia je sklo zmes kremičitanov, najmä vápenatého, sodného a draselného. Chemické sklo má oproti bežným druhom skla vysoký obsah oxidu kremičitého (70 – 80 %), ktorý je čiastočne nahradený oxidom boritým. Jeho obsah zvyšuje chemickú odolnosť a znižuje tepelnú rozťažnosť skla. Obsah oxidu hlinitého zväčšuje viskozitu, tvrdosť a stálosť skiel voči kyselinám a hydroxidom.

Chemické sklo sa vyznačuje vynikajúcimi fyzikálnymi a mechanickými vlastnosťami. Jednou z najväčších predností chemického skla na chemickú prácu je jeho priehľadnosť, ktorá umožňuje stále priame pozorovanie priebehu reakcií. Významnou vlastnosťou chemického skla je dobrá odolnosť proti náhlym zmenám teploty spôsobená pomerne malou rozťažnosťou chemických skiel, ktorá sa vyjadruje koeficientom tepelnej rozťažnosti. Varné nádoby z chemického skla musia byť odolné proti výrazným a náhlym zmenám teploty, čo sa dosahuje vhodným chemickým zložením a spracovaním skla. Mäknutie a viskozita skla vo veľkej miere závisia od chemického zloženia. Pre varné nádoby musí mať sklo vysokú teplotu mäknutia (väčší obsah draslíka). Naopak na zhotovenie pomôcok určených na ohýbanie v plameni sú vhodné sklá s nízkou teplotou mäknutia (vyšší obsah sodíka) a malou tepelnou vodivosťou. Nádoby z chemického skla sú spoľahlivo odolné asi do teploty 500 °C. Pri teplote okolo 600 °C mäkké sklo s vyšším obsahom sodíka (tzv. „sodné sklo“) mäkne a dá sa tvarovať.

Chemické sklo podľa teploty mäknutia možno rozdeliť na dve skupiny – mäkké sklo a tvrdé sklo. **Mäkké sklá** majú teploty mäknutia okolo 550 °C, na reze oproti svetlu má charakteristické modrozelené zafarbenie (trubičky, tyčinky, hodinové sklá, tabuľové sklo, obalové sklo atď.). **Tvrde sklá** majú teploty mäknutia okolo 700 °C, na reze oproti svetlu má charakteristické žltozelené zafarbenie (všetky druhy varného skla, prachovnice, reagenčné fľaše, odmerné sklo, chladiče a pod.).

Osobitným druhom skla je **kremenné sklo**. Názov pochádza z modifikácie SiO₂ – kremeňa, ktorý je najčastejšou východiskovou surovinou. Kremenné sklo sa

vyrába tavením najčistejšieho SiO_2 (krištáľu) v elektrickej peci pri teplote $2000\text{ }^\circ\text{C}$. Tavenina sa dá spracovať iba v určitom obmedzenom rozsahu teplôt. Kremenné sklo je v podstate pretavený čistý oxid kremičitý, ktorý výborne znáša bez porušenia aj prudké zmeny teploty (napr. dobiela rozžeravené kremenné sklo je možné ponoriť do studenej vody bez toho, aby sklo popraskalo). Na reze oproti svetlu je kremenné sklo svetlé, bezfarebné.

Kremenné sklo sa vyznačuje fyzikálno-chemickými vlastnosťami ako sú: vysoká teplota mäknutia pri zachovaní priehľadnosti; mimoriadne nízky koeficient tepelnej rozťažnosti, ktorý je príčinou vysokej odolnosti voči tepelným šokom; vysoká priepustnosť pre krátkovlnné žiarenie zasahujúce až do UV oblasti; vysoká elektrická izolačná schopnosť; vysoká chemická odolnosť voči pôsobeniu chemikálií a kyselinám (okrem HF) a kyslým taveninám. Neviaže na svojom povrchu vodu. Kremenné sklo začína mäknúť až pri teplotách vyšších ako $1500\text{ }^\circ\text{C}$, a preto je jeho spracovanie náročné (vyžaduje si kyslíkovo-vodíkový alebo kyslíkovo-acetylénový plameň).

Kremenné sklo sa používa napr. v laboratóriách, v optických prístrojoch, na banky halogénových žiaroviek, ktoré pracujú pri vysokých teplotách alebo rôzne súčasti ultrafialových svetelných zdrojov, v optických vláknach. Výroba kremenného skla je vzhľadom na svoju vysokú teplotu topenia náročnejšia a pri jeho výrobe sa spotrebuje viac energie, z čoho vyplýva, že je výrazne drahšie ako bežné chemické sklo.

3.2.1.1 Čistenie laboratórnych nádob z chemického skla

Pre chemika je čisté chemické sklo základom úspešnej experimentálnej práce, a preto musí jeho čisteniu venovať veľkú pozornosť. Nádoby zo skla (aj z porcelánu) treba čistiť ihneď po použití, kedy presne vieme, akými chemickými látkami boli nádoby znečistené. Takto predídeme tomu, aby nečistoty na stenách zaschli alebo dokonca poleptali sklo.

Postup čistenia chemického skla volíme podľa charakteru znečistenia. Na odstránenie vo vode dobre rozpustných nečistôt často stačí nádoby umyť prudkým prúdom vody, prípadne zvyšky nečistôt na stenách odstrániť použitím čistiacich kefiek s dlhými držiakmi a následne nádoby opláchnuť destilovanou vodou zo striekačky. Ak sa nám nepodarí vyčistiť nádoby mechanicky a s použitím saponátu, použijeme chemické čistenie.

Pri čistení chemického skla od látok kyslého charakteru je vhodný hydroxid sodný alebo hydroxid draselný. Nečistoty zásaditého charakteru (zásadotvorné oxidy, hydroxidy-oxidy, zrazeniny hydroxidov, vodný kameň) odstraňujeme vodnými roztokmi kyselín (napr. 10 – 20 % HCl). Ak má nečistota malý aktívny povrch a pomaly sa rozpúšťa, necháme pôsobiť čistiaci roztok niekoľko hodín.

Ak je chemické sklo znečistené organickými hydrofóbnymi látkami, použijeme na čistenie niektorú z odmasťovacích zmesí. Bežne používaná odmasťovacia zmes sa pripravuje v plastovom vedierku nasledovným postupom: v 5 litroch destilovanej vody rozpustíme približne 12,5 g NaOH alebo KOH, pridáme $2,5\text{ cm}^3$ 85 % H_3PO_4 a nakoniec pridáme približne 25 cm^3 saponátu. Do odmasťovacej zmesi možno pridať i chelatonát sodný na komplexáciu iónov kovov. Alternatívne možno pripraviť

čistiacu odmasťovaciu zmes rozpustením Na_2CO_3 (sódy) a KMnO_4 vo vode. Chemické sklo po vybratí z odmasťovacej zmesi (obsahujúcej KMnO_4) zbavíme vylúčeného MnO_2 opláchnutím zriedeným vodným roztokom Na_2SO_3 .

Činidlom na rozpúšťanie zvyškov anorganických látok z menších nádob je silná oxidačná zmes tzv. „lúčavka kráľovská“, ktorú pripravíme a pracujeme s ňou v digestóriu. Zmes pripravíme tesne pred použitím zmiešaním 3 objemových dielov koncentrovanej HCl s 1 objemovým dielom koncentrovanej HNO_3 . V uvedenej zmesi po chvíli začne vznikať chlór a ďalšie plyny, ktoré reagujú s anorganickými zlúčeninami za vzniku vo vode rozpustných látok. Po mechanickom a chemickom čistení, chemické sklo dôkladne umyjeme a opláchneme najprv horúcou vodovodnou vodou, potom niekoľkokrát malým množstvom destilovanej vody a necháme uschnúť.

Upozornenie: Pri zmiešavaní koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej a koncentrovanej kyseliny dusičnej (silné žieraviny s leptavými účinkami) prebieha reakcia, pri ktorej sa tvorí toxický chlór a chlorid nitrozylu (ďalej sa rozkladá na chlór a oxid dusný), a preto lúčavka kráľovská dymí. Pri práci s lúčavkou kráľovskou preto pracujeme v digestóriu.

3.2.2 Porcelán

Porcelán má ešte vyššiu chemickú a mechanickú odolnosť ako chemické sklá. Na rozdiel od skla, porcelán nie je homogénny materiál. Hlavnou zložkou je sklovitý systém kremičitanov draselných, vápenatých, horečnatých a hlinitých vyplnený veľkým množstvom nepatrných ihličkovitých kryštálikov mulitu ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) so zrnkami neroztaveného SiO_2 , prestúpeného nepatrnými dutinkami.

Porcelán možno zohrievať až na teplotu $1200\text{ }^\circ\text{C}$, neznáša však prudké zmeny teploty. Preto porcelánové tégliky, žíhacie misky, rúrky a pod. zohrievame najprv veľmi pozvoľna a zo všetkých strán, aby bol materiál rovnomerne prehriaty. Rozpálené porcelánové nádoby je potrebné uchopiť do horúcich téglikových klieští pri ich vkladaní a vyberaní z elektrickej pece alebo z plameňa plynového kahana.

Z porcelánu sa vyrába množstvo laboratórnych nádob a ich častí, ako sú odparovacie misky, navažovacie lodičky, Büchnerove lieviky, filtračné tégliky, žíhacie tégliky, roztieracie misky, žíhacie lodičky a rôzne misky, porcelánové vložky do exsikátorov, lyžičky a iné.

3.2.3 Guma a plasty

Guma je v chemickom laboratóriu materiálom, z ktorého sú vyrobené hadice, zátky, balóniky a iný spojovací a tesniaci materiál. Dlhodobým pôsobením svetla a vzdušného kyslíka guma tvrdne a praská. Guma je málo odolná proti mnohým chemikáliám. Sklenené rúrky sa pri spájaní gumovými hadicami musia dotýkať okrajmi (spoj „sklo na sklo“), aby guma neprichádzala do priameho kontaktu s pretekajúcou látkou.

Plasty sú materiálmi, ktoré sú pre svoje výhodné chemické a fyzikálne vlastnosti ako aj pre široký sortiment a priaznivú cenu veľmi využívané v chemickom

laboratóriu. Vo všeobecnosti sú výrobky z plastov chemicky veľmi odolné, obvykle viac ako sklo. Anorganické zlúčeniny poškadzujú plasty len veľmi zriedka, a preto nádoby pre uskladnenie a manipuláciu so silnými kyselinami a zásadami sú vyrábané z plastických hmôt. Plastové materiály majú presne definované vlastnosti, ktoré ich odlišujú od bežných materiálov. Sú podstatne mechanicky odolnejšie ako sklo. Plastové výrobky sa ľahšie poškodia pôsobením organických rozpúšťadiel. Nie sú veľmi odolné voči pôsobeniu vysokých teplôt.

Niektoré plasty používané v chemickom laboratóriu sú proti chemikáliám odolnejšie ako sklo. *Teflón* (PTFE = polytetrafluóretylén) je odolný proti koncentrovanej kyseline sírovej, dusičnej a silným zásadám. Teflón nereaguje ani s kyselinou fluorovodíkovou. Teflón je tepelne stabilný, nepružný, ľahko opracovateľný polymér, ktorý je chemicky veľmi inertný. Bežne sa používa na výrobu tepelne a chemicky veľmi namáhaných súčiastok ako napr. vložiek do autoklávov, reakčných nádobiek, ako ochranné vrstvy na magnetických miešadielkach. *Polyvinylchlorid* (PVC) sa používa na výrobu potrubia pre vodu a odpady, na výrobu nádob, misiek, drobných laboratórnych pomôcok (napr. lyžičiek), špeciálnych hadíc na prácu s plynmi, tesnení a pod. PVC je oveľa odolnejší proti oxidačným činidlám (ako napr. ozón, chlór) ako guma. *Polyetylén* (PE) je veľmi stály proti chemickým činidlám. Z polyetylénu sa vyrábajú laboratórne nádoby (napr. kadičky, lieviky, prachovnice, reagenčné fľaše, misky a pod.), injekčné striekačky, uzávery na chemikálie, zátky na odmerné banky, frity, rúrky tvarovateľné horúcim vzduchom, hadice. Veľmi zásadité roztoky a roztoky kyseliny fluorovodíkovej HF a kyseliny tetrafluoridoboritej $H[BF_4]$ možno filtrovať cez vrstvu práškovitého PE v polyetylénovom lieviku. PE je teplotne menej stabilný. *Polypropylén* (PP) má použitie ako PE, je však tepelne stálejší, asi do 110 °C. Je vhodný na výrobu reakčných nádob. *Polymetylmetakrylát* (PMMA) (tzv. plexisklo) sa pre svoju priehľadnosť používa na výrobu ochranných štítov, ochranných skiel a pod. PMMA sa používa ako výrobný materiál na málo namáhané výrobky ako napr. lyžičky, kvety na jedno použitie. PMMA často poškadzujú organické rozpúšťadlá.

V študentských laboratóriách sa bežne používajú transparentné silikónové hadice (napr. na prívod chladiacej vody do chladičov), ktoré sa vyrábajú zo silikónového elastoméru. Silikónové elastoméry sú veľmi silne viazané reťazce s malým priestorom medzi jednotlivými molekulami. *Silikón* je elastický materiál výnimočne odolný voči teplu: od približne -70 °C do $+250\text{ °C}$. Používa sa ako tesniaci materiál. Medzi ostatné pozitívne vlastnosti patrí vysoká rezistencia voči strihovým silám, minimálna degradácia v priebehu času – dlhovekosť, rezistencia voči oxidácii a hydrolýze. *Silikónový olej* je viskózna kvapalina, ktorá je tepelne odolná do cca 200 °C. Používa sa ako olejový kúpeľ. Silikónový tuk je viskózna, chemicky a teplotne odolná látka, ktorá sa v laboratóriu používa na mazanie zábrusov.

3.2.4 Kovové laboratórne pomôcky

Kovy sú po skle najpoužívanejším materiálom v chemických laboratóriách. Zliatiny železa a zliatiny hliníka sú bežným konštrukčným materiálom, používaným na jednotlivé časti aparátúr, ako sú kovové stojany, rôzne druhy držiakov, svorky, železné kruhy, filtračné kruhy, trojnožky, triangle, téglikové kliešte, tlačky, pinzety, kahany, železné misky, špachtle, nožnice a iné.

3.2.5 Filtračný papier

Podľa použitia rozlišujeme niekoľko druhov filtračného papiera. Na bežné laboratórne práce používame obyčajný filtračný papier, ktorý sa dodáva v hárkoch. Filtračné papiere pre analytické účely sú zhotovené zo špeciálneho filtračného papiera. Vyrobený papier má rôznu veľkosť pórov a hrúbku. Na filtráciu jemných zrazenín používame čo najhustejší filter. Na účely kvantitatívnej analýzy sa používa „bezpopolový“ filtračný papier, ktorého hmotnosť popola po spálení dosahuje asi $7 \cdot 10^{-5} \text{ g dm}^{-2}$. Tieto filtračné papiere majú veľkosť pórov asi 2 – 6 μm .

Pre jednotlivé druhy papiera určujú výrobcovia presný obsah popolovín, ktoré v papieri zostali. Dodáva sa v kruhoch s priemerom 4 – 24 cm a s rôznymi veľkosťami pórov (teda filtračnej rýchlosti), čo sa pri jednotlivých druhoch označuje farebnou tlačou na obale. Filtre s červenou tlačou na obale majú veľké póry, sú rýchlo filtrujúce, vhodné na filtráciu hrubozrnných zrazenín. Filtre so žltou tlačou na obale majú stredne veľké póry a strednú rýchlosť filtrácie. Na filtráciu veľmi jemných zrazenín sa používajú filtre s modrou tlačou na obale. Majú veľmi malé póry, a preto aj rýchlosť filtrácie je veľmi malá.

V súčasnosti možno v katalógoch laboratórnej techniky nájsť aj iné spôsoby triedenia filtračných papierov ako napr. filtračné papiere pre všeobecné použitie; pre kvalitatívnu analýzu; pre kvantitatívnu analýzu. Jednotlivé skupiny filtračných papierov sa rozdeľujú sa podľa triedy (Grade) použitia označenej príslušným kódom. Pre každú triedu sa uvádza porozita (μm), filtračná rýchlosť (s), hrúbka (mm), plošná hmotnosť (g/m^2).

3.3 Vybavenie pracovného miesta študenta

Študentovi sa na začiatku semestra prideli na laboratórnom stole pracovné miesto, na ktorom bude počas celého semestra vykonávať laboratórne práce. Súčasťou pracovného miesta študenta je uzamykateľná skrinka pod laboratórnym stolom, ktorá obsahuje chemické laboratórne sklo so zoznamom skla. Študent podľa priloženého zoznamu laboratórneho skla na začiatku a na konci laboratórneho cvičenia kontroluje úplnosť vybavenia skrinky.

3.3.1 Pomôcky používané pri stavbe laboratórných aparátúr

Stojan

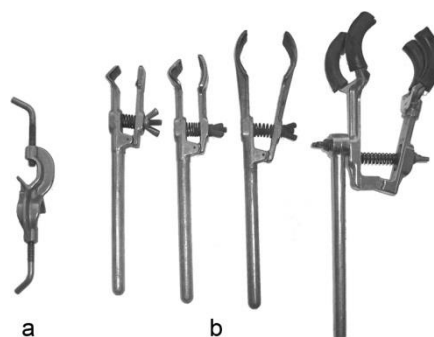
Stojan (obr. 3.1) je základná časť laboratórnej aparatúry, ktorá slúži na pripevnenie jej jednotlivých častí. Najčastejšie sa používajú stojany, ktoré tvorí ťažká kovová platňa, ku ktorej je závitom upevnená dlhá kovová tyč. Na stojan sa pomocou kovových svoriek a držiakov pripevňuje chemické sklo, ako sú byrety, chladiče, frakčné banky a iné. Pri stavbe rozsiahlejších laboratórných aparátúr sa stojany navzájom spájajú dlhou kovovou vodiacou tyčou, na ktorú sa pomocou svoriek a držiakov pripevňujú jednotlivé časti aparatúry.

Svorky a držiaky

Na upevnenie jednotlivých častí laboratórnej aparatúry sa používajú kovové (obvykle hliníkové držiaky) (obr. 3.2 b), ktoré sa k stojanu alebo k vodiacej tyči pripájajú svorkami (obr. 3.2 a). Na upevnenie veľkých chladičov alebo frakčných baniek sa používajú držiaky s pohyblivým kĺbom. Vnútoraná plocha čelustí držiakov je pokrytá korkovou alebo plastovou výplňou, ktorá zabraňuje priamemu kontaktu kovu so sklom, aby uchytenie sklenených častí bolo pružné a jemné.



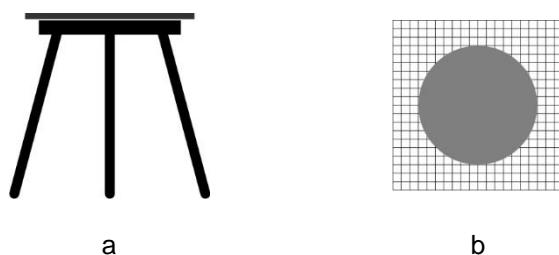
Obr. 3.1 Stojan



Obr. 3.2 a – Svorka, b – rôzne druhy držiakov

Trojnožka a sieťka s keramickou výplňou

Zohrievanie kvapalín a roztokov v sklenených kadičkách alebo varných bankách s plochým dnom sa uskutočňuje plameňom plynového kahana. Zohrievané nádoby sú umiestnené na drôtovej sieťke s kruhovou keramickou výplňou (obr. 3.3 b), ktorá je položená na dostatočne vysokej trojnožke (obr. 3.3 a) (vzhľadom k výške plynového kahana a výške plameňa), alebo je položená na železnom kruhu (obr. 3.4 a), ktorý je prichytený svorkou k stojanu.



Obr. 3.3 a – Trojnožka, b – sieťka s keramickou výplňou

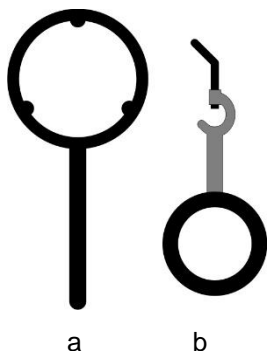
Železný kruh

Železný kruh (bez svorky, obr. 3.4 a alebo so svorkou) sa pripieňuje k stojanu a možno ho výhodne použiť namiesto kovovej trojnožky. Výhodou železného kruhu oproti kovovej trojnožke je možnosť podľa potreby meniť vzdialenosť plameňa plynového kahana od sieťky s keramickou výplňou, na ktorej je umiestnená zohrievaná nádoba.

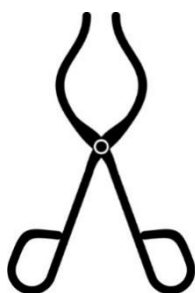
Filtračný kruh

Filtračný kruh (obr. 3.4 b) sa používa na upevnenie filtračného lievika pri filtrácii za atmosférického tlaku. Na prvý pohľad sa filtračný kruh podobá na železný kruh, ale má drevenú alebo plastovú vložku, ktorá zabraňuje priamemu kontaktu skla s kovom.

Upozornenie: Filtračný kruh sa nesmie používať ako náhrada za železný kruh.



Obr. 3.4 a – Železný kruh, b – filtračný kruh



Obr. 3.5 Téglikové kliešte



Obr. 3.6 Tlačka

Téglikové kliešte

Téglikové kliešte (obr. 3.5) sa používajú na prenášanie horúcich predmetov, najmä horúcich porcelánových téglikov, ktoré sa využívajú na žihanie tuhých chemických látok.

Tlačka

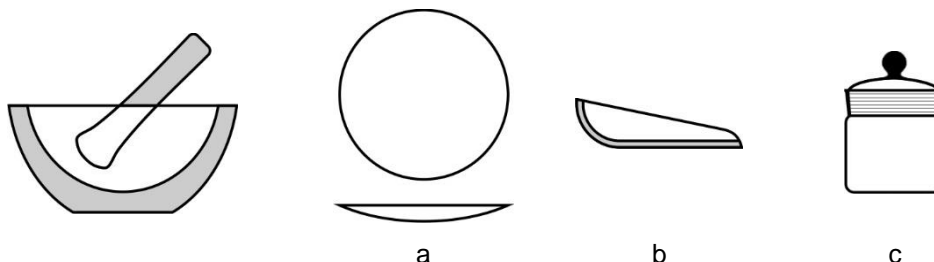
Tlačka (skrutková alebo pružinová) (obr. 3.6) sa používa na uzatváranie gumových (aj silikónových) hadíc alebo na reguláciu prívodu plynu alebo kvapaliny v laboratórnej aparatúre.

3.3.2 Chemické laboratórne nádoby zo skla, porcelánu a plastu

Bežné sklenené chemické laboratórne nádoby sa vyrábajú z chemicky odolného borokremičitanového skla (Simax, Pyrex), ktoré má relatívne malú tepelnú rozťažnosť, preto laboratórne nádoby určené na zohrievanie možno spoľahlivo zohrievať do teploty 500 °C a sú relatívne odolné proti pôsobeniu chemikálií. Odolnosť chemického skla je však nižšia oproti veľmi koncentrovaným roztokom alkalických hydroxidov. Kyselina fluorovodíková výrazne leptá každé sklo.

Roztieracia miska s roztieradlom

Porcelánová roztieracia miska s roztieradlom (obr. 3.7) sa používa na roztieranie tuhých látok na jemný, rýchlejšie rozpustný prášok. Rýchlosť rozpúšťania je totiž tým väčšia, čím väčšia je styková plocha rozpúšťanej látky s rozpušťačom. Achátová miska s roztieradlom má oproti klasickej porcelánovej miske dôležitú výhodu. Vďaka svojej veľkej tvrdości je v nej možné pripravovať preparáty, ktoré by porcelán poškriabali a tým by kontaminovali trený materiál.



Obr. 3.7 Roztieracia miska s roztieradlom

Obr. 3.8 a – Hodinové sklo, b – navažovacie lodičky, c – navažovačka s vekom

Hodinové sklo, navažovacia lodička, navažovačka s vekom

Hodinové sklo (obr. 3.8 a) sa používa ako krycie sklo na prikrytie kadičky a aj na navažovanie tuhých neprchavých chemikálií, podobne ako navažovacia lodička (obr. 3.8 b). Navažovačka (obr. 3.8 c) je nádobka s vekom s vonkajším alebo vnútorným zábrusom, ktorá sa používa na navažovanie a uchovávanie prchavých a hygroskopických kvapalných a tuhých látok. Navažovacia lodička môže byť z porcelánu, skla, kovu alebo plastu.

Žihacie téglíky a misky

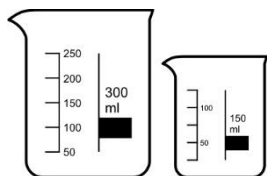
Žihacie téglíky a misky sú tenkostenné, mierne kužeľovité porcelánové nádoby, ktoré sú určené pre žihanie, tavenie, tepelné rozklady v plameni a reakcie pri vysokých teplotách. Sú citlivé na prudké zmeny teploty, a preto ich na požadovanú teplotu začneme najprv iba pozvoľna zohrievať a následne ich už možno žihať pri vysokých teplotách. Nemožno ich príliš prudko ochladiť (napr. ponorením pod studenú vodu), aby nepraskli.

Kadička

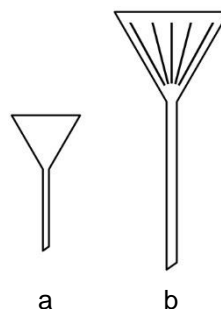
Kadička (obr. 3.9) je najbežnejšia chemická laboratórna nádoba používaná na prípravu a zohrievanie roztokov. V laboratóriu sa používajú kadičky rôznych tvarov a objemov (10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, 250, 300, 400, 500, 600, 800, 1000 a 2000 ml). Na kadičke je vyznačená približná objemová stupnica pre odhad objemu kvapaliny. Objem kadičky na konkrétnu prácu volíme tak, aby výsledný objem roztoku nebol väčší ako 2/3 objemu kadičky. V laboratóriu sa dnes už bežne používajú aj plastové kadičky podobne ako plastové odmerné valce, skúmavky, lieviky a iné chemické nádoby.

Filtračný lievik, analytický lievik

Filtračný a analytický lievik (obr. 3.10) patria medzi najpoužívanejšie chemické laboratórne nádoby. Používajú sa pri filtrácii za atmosférického tlaku. Ako filtračný materiál sa používa filtračný papier poskladaný buď ako hladký filter (obr. 6.1) alebo ako skladaný filter (obr. 6.3 a 6.4).



Obr. 3.9 Kadičky s rôznymi objemami



Obr. 3.10 Lievik *a* – filtračný, *b* – analytický

Odparovacia miska

Porcelánová odparovacia miska (obr. 3.11) sa používa pri odparovaní pripravených roztokov na vodnom kúpeli, ako reakčná nádoba pri reakcii kovov s kyselinami alebo pri sušení látok pri vyšších teplotách.

Kryštalizačná miska

Kryštalizačná miska (obr. 3.12) sa využíva na ochladzovanie nasýtených roztokov počas neizotermickej kryštalizácie a tiež na izotermickú kryštalizáciu. Kryštalizačná miska sa nepoužíva na zohrievanie roztokov.



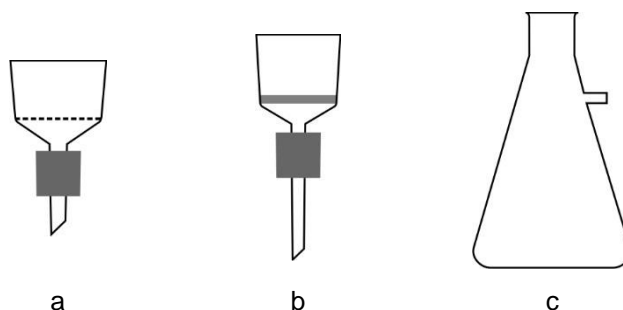
Obr. 3.11 Odparovacia porcelánová miska



Obr. 3.12 Sklená kryštalizačná miska

Büchnerov lievik, fritový lievik, odsávacia banka

Porcelánový Büchnerov lievik alebo sklený (plastový) fritový lievik spolu s odsávacou bankou (obr. 3.13) pripojenou na vývevu sa používajú na filtráciu za zníženého tlaku. Na dierkovanú platničku v Büchnerovom lieviku sa vkladá filtračný papier zodpovedajúceho rozmeru. Fritový lievik má vstavanú sklenú fritu, ktorá je odolná voči pôsobeniu oxidačných činidiel. Odsávacie banky sú hrubostenné a majú tvar Erlenmayerových baniek s postrannou rúrkou na pripojenie hadice k výveve. Na vytvorenie zníženého tlaku (podtlaku) v odsávacej banke sa v laboratóriu obyčajne používa vodná výveva.



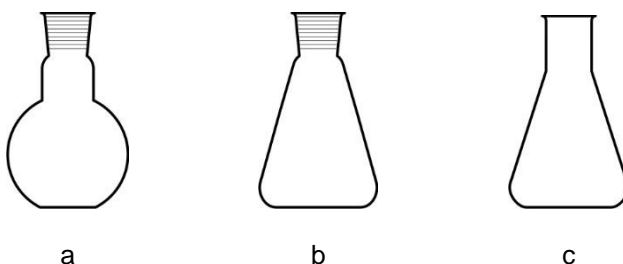
Obr. 3.13 a – Büchnerov lievik so zátkou, b – fritový lievik so zátkou, c – odsávacia banka

Varná banka

Varné banky sa používajú na dlhodobé zohrievanie kvapalín (napr. zohrievanie pod spätným chladičom alebo pri destilácii). Varné banky, ktoré sa používajú ako súčasť aparátúr, obsahujú normalizované zábrusy (obr. 3.14 a). Varné banky s plochým dnom sa používajú na zohrievanie kvapalín pri normálnom tlaku. Varné banky s okrúhlym dnom sa používajú na zohrievanie kvapalín pri zníženom tlaku.

Erlenmayerova banka

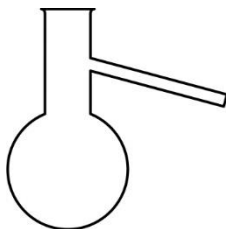
Erlenmayerova banka (obr. 3.14 b, c) je varná banka kužeľovitého tvaru a vďaka jej rovným stenám je vhodná na kryštalizáciu, pretože kryštály produktu sa ľahšie odstraňujú z rovných stien ako z okrúhlych. Vzhľadom na jej tvar sa uprednostňuje pri prácach, pri ktorých vznikajú zrazeniny alebo sa uvoľňujú plynné látky.



Obr. 3.14 a – Varná banka so zábrusom, b – Erlenmayerova banka so zábrusom, c – Erlenmayerova banka bez zábrusu

Frakčná banka

Frakčná banka (obr. 3.15) má predĺžené hrdlo s bočnou predĺženou rúrkou. Používa sa pri reakciách spojených so vznikom plynnej látky. Postranným tubusom sa odvádza vznikajúca plynná látka do ďalších častí aparatury, ako sú napr. premývačky.



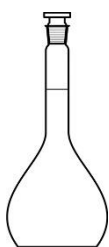
Obr. 3.15 Frakčná banka

Odmerná banka

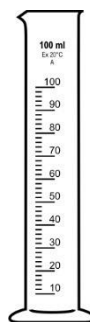
Odmerná banka (obr. 3.16) je tenkostenná nádoba s predĺženým hrdlom, ktorá je kalibrovaná na presný objem pri udanej teplote. Používa sa pri príprave roztokov s presnou koncentráciou. Odmernú banku nikdy nezohrievame.

Odmerný valec

Odmerný valec (obr. 3.17) je úzka, vysoká kalibrovaná nádoba na odmeriavanie objemu kvapalín. Tento druh chemického skla sa používa aj na naliatie kvapaliny, do ktorej opatrne vložíme hustomer, ktorým odmeriame hustotu kvapaliny. Presnosť merania objemu kvapaliny možno čiastočne ovplyvniť veľkosťou odmerného valca. Užšie, vyššie odmerné valce sú na meranie objemu presnejšie. V odmerných valcoch nikdy neodmeriavame horúce roztoky, ani v nich nezmiešavame roztoky (napr. neriedime koncentrovaný roztok H_2SO_4 vodou).



Obr. 3.16 Odmerná banka



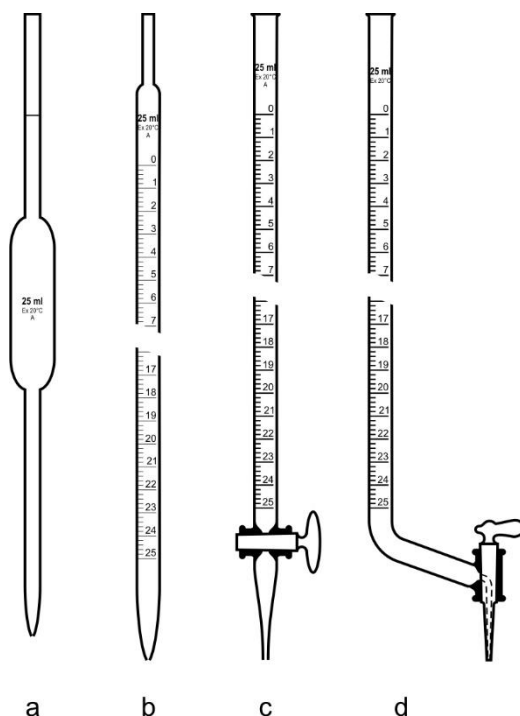
Obr. 3.17 Odmerný valec

Pipeta

Nedelená pipeta (obr. 3.18 a) je kalibrovaná, na konci zúžená trubica, ktorá umožňuje presne odmeriavať objem kvapaliny, na ktorý je kalibrovaná pri danej teplote. Delená pipeta (obr. 3.18 b) je po celej dĺžke kalibrovaná zúžená trubica, ktorá umožňuje presne odmeriavať požadovaný objem kvapaliny v rámci celkového rozsahu objemu, na ktorý je pipeta kalibrovaná.

Byreta

Byreta (obr. 3.18 c, d) je kalibrovaná trubica zakončená zábrusovým alebo teflónovým kohútom s výtokovou kapilárnou rúrkou umožňujúcou plynulé aj postupné pridávanie presného objemu kvapaliny. Používa sa na presné odmeriavanie malých objemov najmä pri titráciách v analytickej chémii. Automatické byrety sú spojené so zásobnou nádobou na roztok. Pri plnení automatickej byrety zásobným roztokom sa meniskus kvapaliny samočinne ustáli na nulovej značke.



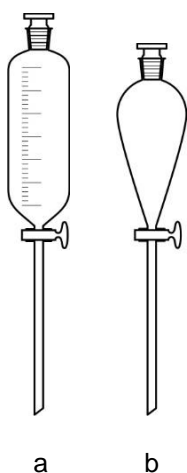
Obr. 3.18 *a* – Nedelená pipeta, *b* – delená pipeta, *c*, *d* – byrety rôznych typov

Oddel'ovací lievnik

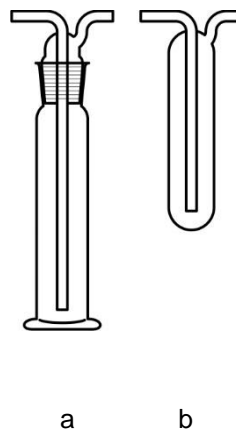
Oddel'ovací lievnik (obr. 3.19 a, b) sa používa pri oddel'ovaní dvoch nemiešateľných kvapalín s rozdielnou hustotou, pri extrakciách (vytrepávaní) produktu z jednej kvapalnej fázy do inej. Oddel'ovací lievnik možno tiež využiť v aparátúre na regulované prikvapkávanie kvapaliny do reakčnej zmesi. Pred začiatkom práce s oddel'ovacím lievnikom skontrolujeme, či sklenený kohút neprepúšťa kvapalinu a je dostatočne namazaný silikónovým tukom na zábrusy. Oddel'ovacie lievniky sú rôzneho tvaru (hruškovitý, valcovitý, guľovitý), rôznych objemov, so stupnicou alebo bez stupnice.

Premývačka

Premývačka (obr. 3.20) je nádoba pre prácu s plynmi. Je súčasťou aparátúry na prípravu určitého plynu. Ak je premývačka v aparátúre naplnená vhodnou kvapalinou, má funkciu reakčnej alebo premývacej nádoby (sušenie, čistenie). Prázdna premývačka má v aparátúre funkciu poistnej nádoby.



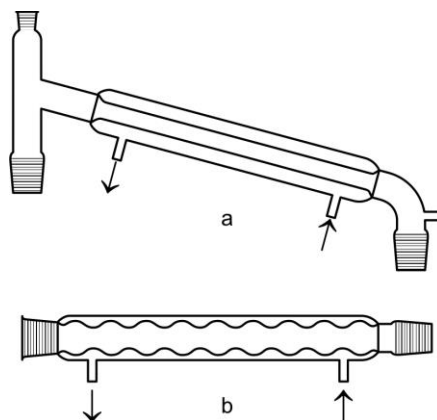
Obr. 3.19 Oddeľovací lievik so zátkou
 a – so stupnicou na odmeranie kvapaliny,
 b – bez stupnice (hruškovitý tvar)



Obr. 3.20 Premývačka
 a – zábrusová, b – obyčajná

Chladič

Na chladenie a kondenzáciu pár používame v laboratóriu rozlične konštruované chladiče, ktoré majú dva od seba oddelené priestory. Vonkajším priestorom (plášťom) chladiča prúdi chladiaca voda, kým vnútorným priestorom ochladzované pary. Chladiče používame najčastejšie v polohe *zostupnej* alebo *zvislej* (spätné chladiče). Bežne používaným zostupným chladičom je *Liebigov chladič* (obr. 3.21 a). *Spätný chladič* sa používa ako zvislý nadstavec na varnej alebo Erlenmayerovej banke pri dlhotrvajúcom zohrievaní a vare kvapaliny, aby sa zabránilo odpareniu rozpúšťadla. Ako spätný chladič sa používa *gulôčkový chladič* (obr. 3.21 b). Veľkosť a typ použitého chladiča určuje vždy charakter práce, množstvo látky, celkové rozmery aparatúry a pod.

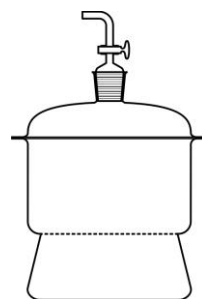


Obr. 3.21 Chladič
 a – Liebigov, b – gulôčkový, spätný

Exsikátor

Exsikátor je nádoba z hrubostenného skla, ktorá sa uzatvára skleným vekom, ktoré dolieha k spodnej časti plochým zábrusom (natretý napr. silikónovým tukom) zaručujúcim tesnosť exsikátora. Exsikátory sa používajú na uchovávanie chemikálií pri určitých podmienkach (napr. v suchej atmosfére, v inertnej atmosfére, za zníženého tlaku a pod.), sušenie látok alebo na odstránenie nežiaducich plynov

adsorbovaných na povrchu tuhých látok. Náplň exsikátorov sa volí podľa vlastností sušiacej a vysušanej látky. Najčastejšie sa používa bezvodý chlorid vápenatý, koncentrovaná kyselina sírová, tuhý hydroxid sodný alebo draselný, oxid fosforečný so sklenenými guľôčkami, silikagél a pod. Sušená látka na hodinovom skle alebo na Petriho miske sa položí na porcelánovú dierkovanú vložku, pod ktorou je umiestnená sušiacia látka. Sušenie látok v exsikátore môže prebiehať aj za normálneho tlaku. Ak má sušenie v exsikátore prebiehať za zníženého tlaku, musí sa použiť vákuový exsikátor so zábrusovým kohútom (obr. 3.22), na ktorý sa pripojí vákuovou hadicou zdroj vakuá (napr. vodná alebo membránová výveva).



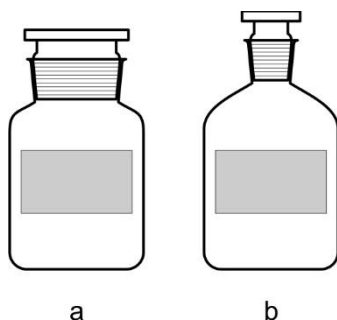
Obr. 3.22 Exsikátor s vákuovým uzáverom

Prachovnica

Prachovnica (obr. 3.23 a) je väčšinou sklenená nádoba (z bieleho alebo hnedého skla) so širokým hrdlom so závitom alebo zábrusom, určená na uskladnenie tuhých látok izolovaných od vonkajšieho prostredia.

Reagenčná fľaša

Reagenčná fľaša (obr. 3.23 b) je sklenená nádoba (z bieleho alebo hnedého skla) s užším zábrusovým hrdlom určená na uskladnenie kvapalných látok a roztokov. Zátka reagenčnej fľaše je zábrusová.



Obr. 3.23 a – Prachovnice rôznych veľkostí,
b – reagenčná fľaša



Obr. 3.24 Reagenčná fľaša s dvojitým zábrusom

Reagenčná fľaša s dvojitým zábrusom

Reagenčná fľaša s dvojitým zábrusom (obr. 3.24) je určená na skladovanie kvapalných látok prchavých, citlivých na vzdušnú vlhkosť alebo látok, ktoré sa pred určitým použitím zámerné sušili (napr. bezvodé rozpúšťadlá). Použitie ochranného klobúčika so zábrusom lepšie chráni skladovanú kvapalinu.

Nádoby na vzorky (vzorkovnice)

Vzorkovnica je malá nádoba s rôznym uzáverom (zátku, uzáver so závitom, zábrusová zátku a pod.) určená na uschovanie malých množstiev látok.

Zábrusy

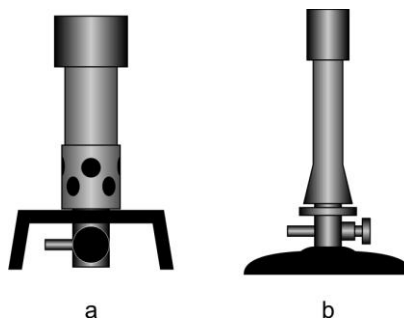
Zábrusy sú spojovacie časti chemického skla, ktoré sa používa na spájanie častí chemických aparátov. Zábrusové spoje majú charakteristický matný vzhľad. Tesniaca schopnosť zábrusov sa zvyšuje aj zábrusovou vazelínou (silikónová vazelína, Ramsayov tuk). Zábrusové časti skla sa vplyvom tepelných zmien, tlaku, ťahu a mechanickými nárazmi ľahko porušia. Ak nie sú zábrusy čisté a odmastené a nedostatočne natreté zábrusovou vazelínou, môže dôjsť k ich silnému spojeniu tzv. „zapečeniu“. Zapečený zábrusový spoj možno uvoľniť napr. miernym nahriatím, jemným poklepávaním dreveným predmetom. Ak zlyhajú uvedené spôsoby uvoľnenia zábrusu, zábrus vložíme do vhodného rozpúšťadla (napr. etanol alebo petrolej) tak, aby rozpúšťadlo vniklo do zábrusu. Vniknutie rozpúšťadla do zábrusu zábrus buď uvoľní alebo sa uľahčí jeho následné uvoľnenie spôsobmi použitými skôr. Plochy zábrusov je potrebné udržiavať čisté. Pred odložením zábrusu očistíme zábrus od zábrusovej vazelíny. Na zábrusy namazané zábrusovou vazelínou sa lepia nečistoty, ktoré porušujú tesnosť zábrusu, alebo pri väčšej častici aj prasknutie zábrusového spoja. Zábrus sa po demontáži najľahšie zbaví zábrusovej vazelíny utretím suchým a čistým filtračným papierom a nasledovným očistením zvyškov vazelíny použitím čistiaceho prášku s jemným abrazívnym účinkom.

3.3.3 Osobné pomôcky pre prácu v laboratóriu

Práca v chemickom laboratóriu si často vyžaduje používanie rôznych pracovných pomôcok. K základným z nich patria: lyžička na chemikálie, nožnice, zápalky, utierka na chemické sklo a utierka na laboratórny stôl.

3.4 Elementárne práce so sklom

Chemik pracujúci v laboratóriu sa už pri jednoduchých experimentoch nezaobíde bez základných zručností opracovania skla, ktoré používa. Z tohto dôvodu je potrebné, aby poznal základné vlastnosti skla a získal základnú zručnosť pri práci so sklom, ktoré využije napr. pri zostavovaní chemických aparátov, kde často treba zhotoviť vhodné časti. K základným prácam so sklom patrí rezanie tyčiniek a rúrok malých priemerov, otavovanie rezných hrán, vyťahovanie kapilár a ohýbanie sklenených rúrok. Okrem rezania skla si všetky práce so sklom vyžadujú ohrievanie skla

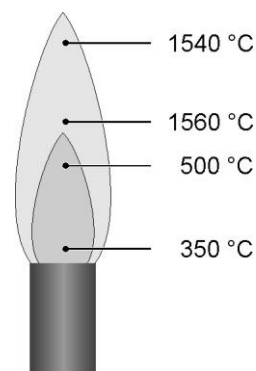


Obr. 3.25 Plynový kahan
a – Bunsenov, b – Tecluho

v plameni plynového kahana. V laboratóriách sa využívajú **plynové kahany** (obr. 3.25) rôznej konštrukcie podľa spaľovaného plynu a množstva privádzaného vzduchu. Najbežnejšie používané plynové kahany sú Bunsenov a Tecluho. Každý kahan má popri prívode plynu aj prívod vzduchu.

Správne zapálenie kahana

Pred zapálením kahana uzatvoríme prívod vzduchu v jeho spodnej časti. Zapálime zápalku (pre bezpečnosť nepoužívame zapaľovač), otvoríme prívod plynu a plyn ihneď zapálime. Takto vznikne málo výhrevný **svietivý plameň**, ktorý sa nazýva aj **redukčný plameň**, keďže vo vnútri plameňa neprebíha dokonalé spaľovanie. Správne nastavíme plynový kahan na sklárske práce tak, že pridávame vzduch dovtedy, kým je ešte plameň stabilný (neodtrháva sa od ústia kahana) a je v ňom jasne ohraničená modro sfarbená redukčná časť (najvnútornejšia časť) plameňa. Takýto plameň sa nazýva **nesvietivý** alebo **oxidačný**. Spaľovanie prebieha už aj vo vnútri plameňa. Takto nastavený plameň kahana je charakteristický aj svojim zvukom – kahan hučí.



Obr. 3.26 Štruktúra nesvietivého plameňa

V nesvietivom oxidačnom plameni možno pozorovať dve oblasti (obr. 3.26). Vo vnútornej modrozelenej oblasti neprebíha ešte dokonalé spaľovanie, preto má plameň v takýchto miestach nižšiu teplotu (do 500 °C). V druhej oblasti je teplota najvyššia (okolo 1500 °C), pretože tu nastáva dokonalé spaľovanie. Povrch plameňa je opäť chladnejší.

3.4.1 Rezanie skla

Sklenené rúrky a tyčinky malých priemerov režeme tak, že na povrchu skla urobíme jediným ťahom ostrým pilníkom vryp, ktorý má byť ostrý a má zasahovať do hĺbky (nie do šírky). Na tenkých rúrkach stačí krátky vryp (asi do 1/5 obvodu) a na hrubších musí byť vryp po celom obvode. Rúrku odломíme tak, že ju chytíme do oboch rúk tesne pri vrype, ktorý je na strane rúrky odvrátenej od nás, palce sú na opačnej strane ako vryp, a miernym tlakom palcami za ťahu (ako keby sme chceli rúrku v mieste vrypu ohnúť a pritom roztrhnúť) oddelíme rezané časti od seba. Rúrky s veľkými priermi a hrubými stenami už potrebujú náročnejšie postupy spojené s lokálnym ohrevom v mieste vrypu.

3.4.2 Otavovanie skla

Odrezané rúrky a tyčinky majú veľmi ostré hrany s jemnými vyvýšeninami, ktoré ľahko zrania ruku, porežú hadice a prekážajú pri vsúvaní do otvorov v zátkach a pod. Z tohto dôvodu ich v plameni kahana otavujeme. Pri otavovaní vsunieme ostrú hranu tesne nad vnútorný modrý kužeľ nesvietivého plameňa. Rúrku rovnomerne otáčame v plameni v takmer zvislej polohe, pokým otavovaný kraj

nezačne svietiť (v porovnaní s ostatnou časťou skla v plameni). Ak by sme nechali rúrku v plameni príliš dlho, priemer rúrky by sa zmenšil alebo by došlo až k zataveniu rúrky. Otavený koniec rúrky necháme voľne vychladnúť na vzduchu tak, aby sa nedotýkal dosky laboratórneho stola.

3.4.3 Vytahovanie kapilár

Sklenené rúrky s malým priemerom (vonkajším priemerom 5 mm a menej) sa nazývajú kapiláry. Zo sklenených rúrok možno kapiláry vytiahnuť veľmi ľahko. Sklenenú rúrku držíme v rukách za oba konce tak, aby sme ju palcami mohli na bruškách prstov prevaľovaním otáčať. Stred rúrky vložíme do plameňa asi pol centimetra nad hrot modrej časti nesvietivého plameňa a otáčame ju, aby sa sklo zo všetkých strán rovnomerne prehrialo. Po čase sa plameň sfarbí do žltá a sklo začne mäknúť. Keď sklo dostatočne zmäkne, rúrku vyberieme z plameňa a rýchlym ťahom vytiahneme kapiláru požadovanej hrúbky. Rovnakým postupom možno zo skúmaviek vytiahnuť ampuly. Treba dbať na to, aby sme hrdlo ampuly neurobili príliš úzke, čím by sa ampula ťažko napĺňala.

3.4.4 Ohýbanie rúrok

Ohýbanie sklenených rúrok vyžaduje dostatočne dlhé rovnomerné zohriatie sklenenej rúrky. Dôležité je, aby sa pri ohýbaní nezmenil prierez rúrky v ohybe (aby sa rúrka nesploštila a nezúžila). Z tohto dôvodu jeden koniec rúrky uzavrieme gumovou zátkou. Rúrku pritom držíme oboma rukami tak, že leží na bruškách všetkých prstov a palcami ju na bruškách prstov prevaľovaním otáčame. Rúrku zohrievame dovtedy, kým sklo nezmäkne natoľko, že trubica sa začne prehýbať vlastnou hmotnosťou. Potom rúrku vyberieme z plameňa a počas ohýbania do nej primerane fúkame vzduch, čím zabránime vzniku zúženia.

3.5 Chemikálie

Chemikálie sa dodávajú v rôznych obaloch, ktoré závisia od skupenstva a vlastností chemikálií. Tuhé chemikálie výrobca dodáva najmä v plastových obaloch, kvapaliny v sklenených nádobách, plyny v ocelových tlakových nádobách pod zvýšeným tlakom alebo v zatavených ampulách.

Každá chemikália musí mať označenie, ktoré udáva názov, vzorec, stupeň čistoty a mólovú hmotnosť. Rôzne chemické experimenty si vyžadujú použitie chemikálie s rôznym stupňom čistoty. Podľa stupňa čistoty (klesajúceho obsahu nečistôt) sa chemikálie triedia na: technické; čisté; pre analýzu (p. a.); chemicky čisté. Ak je chemikália určená pre špeciálne účely, je to tiež vyznačené na štítku (pre UV/VIS spektroskopiu, pre chromatografiu, indikátor a iné).

Chemikálie treba uskladňovať tak, aby sa časom neznehodnotili. Chemikálie citlivé na svetlo sa dodávajú v prachovniciach z tmavého skla. Chemikálie citlivé na vlhkosť sú zatavené alebo uschovávané vo fľašiach s dvojitým zábrusovým uzáverom.

V kap. 12 tejto učebnice (Chemické látky a riziká pri práci s nimi) sú prehľadne uvedené bezpečnostné upozornenia **P-vety** (*Precaution phrases*) pre bezpečné zaobchádzanie s chemickými látkami a ich zmesami a tiež výstražné upozornenia **H-vety** (*Hazard phrases*), ktoré opisujú povahu (prípadne stupeň) nebezpečnosti chemickej látky alebo zmesi.

3.6 Tlakové nádoby – zdroj plynov pre laboratórne použitie

Tlakové nádoby (tzv. tlakové fľaše) sú uzatvárateľné kovové nádoby určené na prepravovanie plynov. Na ich vnútorné steny pôsobí po naplnení tlak plynov a pár, ktorý je väčší ako atmosférický tlak (pretlak). Tlakové fľaše sa v chemických laboratóriách používajú ako zdroj plynov. Sú to oceľové nádoby valcovitého tvaru so zúženým hrdlom. Hrúbka steny tlakovej fľaše závisí od tlaku, ktorý musí daná fľaša zniesť. Oceľové tlakové fľaše sa plnia až na tlak 20 MPa. Niektoré plyny sa účinkom tlaku skvapalnia. Pri stálom odbere plynu z tlakovej fľaše klesá úmerne tlak vo fľaši, zatiaľ čo pri odbere skvapalnených plynov je tlak konštantný až dovtedy, kým je daná látka v kvapalnom skupenstve. Každá tlaková fľaša je zakončená fľašovým uzatváracím ventilom (odlišným podľa druhu plynu), ktorý je určený len na uzatváranie fľaše. Pri starších typoch tlakových fliaš je uzatvárací ventil chránený ochranným oceľovým alebo liatinovým krytom (tzv. klobúčikom), ktorý sa priskrutkuje na hrdlo tlakovej fľaše. Pri novšej konštrukcii sa využíva patentovaný ochranný strmeň.

Podľa bezpečnostných predpisov sa musí každá tlaková nádoba podrobovať pravidelne opakovaným skúškam. Na hrdle každej tlakovej nádoby sa nachádza označenie úplného názvu plynu, hodnota plniaceho a najvyššieho skúšobného tlaku (v MPa), dátum skúšky, číslo nádoby, meno výrobcu, dátum poslednej revízie tlakovej nádoby a pod. Aby nedošlo k zámene tlakových fliaš, je každá fľaša farebne označená. Farebné označovanie tlakových nádob pre technické a lekárske plyny stanovuje Európska norma (EN) STN EN 1089-3 platná od 1.1.2007 (na Slovensku uverejnená s národnou predložkou STN). Farebné označenie pozostáva z písmena N na hrdle tlakovej fľaše (označuje novú normu značenia) a príslušnej farby hrdla a valcovej časti (drieku) fľaše. Nádoby na plyn musia byť chránené základným náterom, ktorý zároveň slúži na základné rozpoznanie podľa hlavných oblastí použitia. Tlakové nádoby s technickými plynmi pre všeobecné použitie majú základný náter stredne sivý. Základný náter sa obnovuje podľa potreby s prihliadnutím na korozívne namáhanie nádoby. Majiteľ tlakovej nádoby musí neúplné, alebo nezreteľné označenie a základný náter obnovovať.

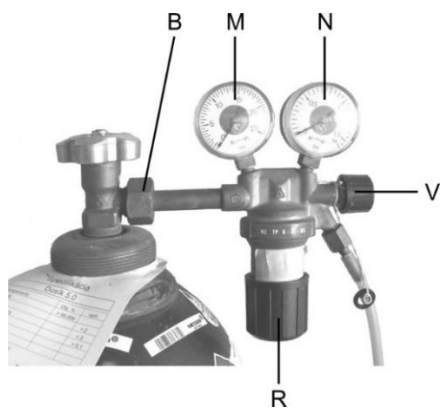
Európska norma STN EN 1089-3 pripúšťa viac variantov farebného označenia valcovej časti tlakovej nádoby rôznymi farbami, z ktorých v nasledujúcom prehľade je alternatívna farba uvedená v zátvorke: Pre čisté plyny na **priemyselné použitie** sú farby hrdla a valcovej časti (drieku) tlakovej fľaše nasledovné: **kyslík (O_2)** – hrdlo: biela s čiernym písmenom N, valcová časť: svetlomodrá (sivá); **acetylén (C_2H_2)** – hrdlo: gaštanová s čiernym písmenom N, valcová časť: gaštanová (sivá); **argón (Ar)** – hrdlo: tmavozelená s čiernym písmenom N, valcová časť: tmavozelená (sivá); **dusík (N_2)** – hrdlo: čierna s bielym

písmenom N, valcová časť: čierna (sivá); **oxid uhličitý (CO_2)** – hrdlo: sivá s čiernym písmenom N, valcová časť: sivá; **vodík (H_2)** – hrdlo: červená s čiernym písmenom N, valcová časť: červená; **stlačený vzduch** – hrdlo: jasnozelená s čiernym písmenom N, valcová časť: sivá; **amoniak (NH_3)** – hrdlo: červená s čiernym písmenom N, valcová časť: žltá. Farebné značenie tlakových nádob s plynmi alebo so zmesou plynov pre medicínske použitie je podľa Európskej normy STN EN 1089-3 odlišné od tlakových nádob určených na priemyselné použitie.

Pri manipulácii s tlakovými nádobami sa musia dodržiavať osobitné bezpečnostné opatrenia, pretože plyny sú v ocelových nádobách pod veľkým tlakom. Na tlakové nádoby nesmú pôsobiť nárazy, nemôžu byť nikdy vystavené priamemu slnečnému žiareniu, ani byť umiestnené v blízkosti iných zdrojov tepla. Pri manipulácii s nimi a pri preprave sa musia zabezpečiť pred pádom a musia mať vždy na hlavný ventil naskrutkovaný kryt. Na stanovisku (mieste umiestnenia) sa tlaková nádoba musí zaistiť proti pádu oceľovým kruhom alebo reťazou, a to vždy aj na krátky čas. Stanovisko tlakových nádob musí byť vzdialené od výhrevných telies aspoň 1 m a od otvoreného plameňa aspoň 3 m.

Tlak, pod ktorým sú plyny vo fľašiach uskladnené, je pre praktické použitie príliš veľký, a preto je potrebné tlak plynu znížiť na pracovný tlak. Na odber plynu pri nízkych tlakoch sa používa **redukčný ventil** (obr. 3.27). Princípom funkcie redukčného ventilu je tzv. škrtenie plynu. Plyn, vystupujúci z vysokotlakovej a vstupujúci do nízkotlakovej komory expanduje, a tým znižuje svoj tlak. Redukčný ventil sa naskrutkuje na uzatvárací ventil pomocou matice *B*.

Tesniaci krúžok nesmie byť poškodený, aby dokonale tesnil. Skôr ako otvoríme uzatvárací ventil na tlakovej fľaši, uzatvoríme na doraz výpustný ventil *V* a pomaly odskrutkujeme regulačnú skrutku *R* smerom doľava tak, aby sme necítili tlak pružiny. Otočením ventilu na fľaši doľava (proti smeru hodinových ručičiek), manometer *M* ukáže tlak plynu vo fľaši. Pomaly otáčame regulačnou skrutkou *R* smerom doprava (stále viac je cítiť tlak pružiny) a nastavíme tak požadovaný tlak na manometri *N*. Takto je tlaková fľaša pripravená na odber plynu. Pomalým otáčaním výpustného ventilu *V* nastavíme potrebný prúd plynu.



Obr. 3.27 Redukčný ventil

B – matica, *M*, *N* – manometer, *R* – regulačná skrutka, *V* – výpustný ventil