

5 Základné merania v chemickom laboratóriu

V chemickom laboratóriu zameranom na anorganickú chémiu sa najčastejšie stretávame s prácami, ktoré sú orientované na prípravu zlúčenín a ich charakterizáciu spojenú s meraním niektorých fyzikálnych veličín. Pri experimentálnej práci v laboratóriu treba vykonať veľa operácií. Získanie kvalitných výsledkov vyžaduje zručnosť a skúsenosť, ako aj ovládanie princípov správneho merania potrebných fyzikálnych veličín. V laboratóriu sa často využívajú základné operácie, ako je **meranie hmotnosti**, **meranie objemu kvapalín**, **meranie objemu plynov**, **meranie teploty**, **meranie tlaku** a **meranie hustoty kvapalín**.

5.1 Meranie hmotnosti

Meranie hmotnosti (váženie) patrí medzi operácie, s ktorými sa bežne stretávame v chemickom laboratóriu. Váženie je fyzikálne meranie, princípom ktorého je porovnávanie hmotnosti váženej látky s hmotnosťou závažia pomocou váh. Hmotnosť je fyzikálna veličina, ktorej základnou jednotkou v sústave SI je kilogram (kg). V chemickom laboratóriu sa často používajú jednotky gram (g) a miligram (mg), ktoré sú tisíc- a miliónkrát menšie ako kilogram ($1 \text{ g} = 0,001 \text{ kg}$, $1 \text{ mg} = 0,001 \text{ g}$).

5.1.1 Laboratórne váhy

Na určenie hmotnosti látky sa používajú rôzne váhy, ktoré podľa presnosti váženia zvykneme deliť na *technické váhy* (presnosť 1 – 2 g), *presné technické váhy* (presnosť 0,01 – 0,02 g) a *analytické váhy* (presnosť 10^{-4} – 10^{-6} g). V laboratóriách zameraných na syntézu látok sa zvyčajne používajú presné technické váhy (presné váhy) a rýchlováhy (tzv. predvažovacie váhy, resp. predvažovačky, predvážky), ktoré slúžia na približné meranie hmotnosti. Na veľmi presné meranie hmotnosti sa používajú analytické váhy. V súčasnosti sa v chemických laboratóriách používa niekoľko typov rýchlováh, presných váh a analytických váh.



Obr. 5.1 Rýchlováhy



Obr. 5.2 Presné váhy



Obr. 5.3 Analytické váhy

Rýchlováhy slúžia na rýchle a informatívne odváženie látky. Na obr. 5.1 je zobrazený starší typ rýchlováh, ktorý sa stále používa. Sú to jednomiskové váhy s optickým ukazovateľom hmotnosti. Váženie na nich je s presnosťou približne 0,1 g, a to v dvoch rozsahoch: od 0 do 100 g a od 100 do 200 g. Často sa používajú v kombinácii s analytickými váhami. Predvážením látky na rýchlováhach a jej následným odvážením na analytických váhach dokážeme látku presne a rýchlo odvážiť.

Presné váhy v súčasnej elektronickej podobe (obr. 5.2) sú v podstate presné predvážky alebo presné technické váhy, ktoré majú oveľa viac funkcií ako obyčajné predvážky. V chemických laboratóriách sú obľúbené pre ich jednoduchú obsluhu a presnosť. Napr. v laboratóriách chemickej syntézy sa často používajú váhy s presnosťou 0,001 g a váživosťou do 240 g.

Analytické váhy (obr. 5.3) slúžia na veľmi presné váženie a sú neodmysliteľnou súčasťou každého analytického laboratória. Moderné váhy sa vyznačujú mimoriadnou spoľahlivosťou a vysokou presnosťou. V závislosti od typu váh môže presnosť dosahovať aj 0,01 mg a váživosť 210 g. Tieto váhy sú

vybavené mnohými funkciami podľa najnovších technológií.

V súčasnosti sa v školských laboratóriách používajú poloautomatické jednomiskové váhy so svetelnou projekciou vlákna na stupnicu a plnoautomatické jednomiskové váhy s digitálnym odčítaním hmotnosti s presnosťou 0,0001 g.

Presnosť váh je najmenší rozdiel hmotnosti, ktorý možno danými váhami stanoviť.

Citlivosť váh sa udáva výchylkou váh z rovnovážnej polohy pri ich zaťažení malým závažím (napr. 0,1 g alebo 0,001 g). Treba ju často kontrolovať, aby sme sa presvedčili o správnosti váženia. Citlivosť váh klesá úmerne s ich zaťažením.

Rovnovážna poloha je pokojová poloha, v ktorej sa ustália zaťažené váhy.

Váživosť váh udáva maximálnu hmotnosť, ktorú možno na váhach odvážiť s deklarovanou presnosťou. Je daná konštrukciou váh. Za žiadnych okolností sa váživosť váh nesmie prekročiť, lebo váhy sa môžu poškodiť.

Zapamätajte si!

Ak chcete čo najpresnejšie odvážiť 1 g skúmanej látky, potom ju nesmieme vážiť vo veľkej ťažkej nádobe.

5.1.2 Základné princípy váženia na laboratórnych váhach

Analytické váhy a presné technické váhy sa zvyčajne umiestňujú do osobitnej miestnosti nazývanej váhovňa, aby neboli vystavené korozívnym účinkom ovzdušia v chemickom laboratóriu a boli chránené pred zmenami teploty a prúvanom. Umisťujú sa na špeciálne stolíky pod váhy, tzv. váhové stoly, ktoré musia byť stabilné (nesmú sa prehýbať a prenášať vibrácie), nemagnetické (nie ocelová doska), chránené voči elektrostatickému náboju (nie z plastu alebo zo skla), pevne uchytené, aby boli chránené pred otrasmi. Váhy musia byť postavené vo vodorovnej polohe a chránené pred nárazmi. Ak sa na nich neváži, sú vždy vypnuté a skrinka váh je zavretá, prípadne sú zakryté. Na váhach nesmú ostať žiadne závažia a ani vážené predmety. Trvalá záťaž môže poškodiť merací systém.

Upozornenie: Skôr ako začnete vážiť, oboznámte sa vopred s pokynmi, ktoré udáva výrobca príslušných váh. Pri vážení treba dodržiavať uvedený všeobecný postup a dôsledne sa riadiť uvedenými zásadami.

1. Pred vážením a po skončení váženia skontrolujeme čistotu misky a celého priestoru váh. V prípade znečistenia vyčistíme misku a daný priestor vlasovým štetcom alebo jemnou a čistou handričkou.
2. Presvedčíme sa, či sú váhy vo vodorovnej polohe. Váhy zapneme (odaretujeme) a skontrolujeme ich nulovú polohu.

Zapamätajte si!

Nulovú polohu kontrolujeme vždy pred a po vážení, aby sme sa presvedčili, či sú váhy v poriadku. Odaretovanie a zaaretovanie váh sa robí opatrným otáčaním príslušného gombíka.

3. Po zapnutí váh položíme na misku nádobu na váženie. Vážený predmet vždy kladieme do stredu misky. Používame nádoby na váženie, ako sú lodičky, navažovačky, tégly, hodinové sklá a iné. Prchavé a veľmi hygroskopické látky, podobne aj kvapaliny, sa musia vážiť v uzatvorených navažovačkách.

Zapamätajte si!

Nikdy nespeme chemikálie priamo na misku váh.

4. Vážené predmety musia byť čisté a suché. Musia mať rovnakú teplotu ako majú váhy. Pri veľmi presnom vážení nekladte nádoby na váhy rukami.

Zapamätajte si!

Na misku váh nikdy neklademe horúce predmety.

5. Skontrolujte, či hmotnosť nádoby a váženej látky nie je väčšia ako maximálna merateľná hmotnosť použitých váh, t. j. váživosť váh.

Zapamätajte si!

V žiadnom prípade nepresahujte maximálnu hmotnosť, ktorá sa môže na váhach vážiť. Váhy sa môžu poškodiť.

- a) Pri vážení na analytických **poloautomatických jednomiskových váhach** (presnosť 0,0001 g) závažie pridávame postupne od ťažšieho závažia k ľahšiemu pomocou príslušných koliesok (gombíkov) na ovládanie závaží. Závažia pridávame pomalým a plynulým otáčaním jednotlivých gombíkov, pričom gombík nesmieme pustiť skôr než „dosadne“ do vyznačenej polohy, lebo môže dôjsť k poškodeniu váh.
- b) Váhy musia byť zaaretované pri každom otvorení dvierok na váhach a pri každom pridávaní alebo odoberaní závažia a váženého predmetu.
- c) Po pridaní potrebných závaží odčítame hmotnosť váženého predmetu na štyri desatinné miesta. Najprv odčítame hodnoty pridaných závaží (gramy, desatiny a stotiny gramu) a nakoniec odčítame miligramy a ich desatiny zo svetelnej stupnice.
- d) Po skončení váženia váhy zaaretujeme, odložíme z váh všetky vážené predmety a všetky kolieska na ovládanie závaží vynulujeme.

Aretácia váh je zariadenie (aretačná skrutka), pomocou ktorého mechanicky dvíhame váhadlo z hrotov a fixujeme ho počas pridávania alebo odoberania závažia, resp. látky alebo keď sa na váhach neváži.

6. a) Po zapnutí **plnoautomatických analytických jednomiskových váh** a **presných váh** treba chvíľu počkať, kým sa na displeji nezobrazí nula (0,0000 g). Potom sú váhy pripravené na váženie a na misku váh môžeme položiť vážený predmet. Hmotnosť odčítame po ustálení údajov na displeji, čo indikuje symbol jednotky hmotnosti, ktorý sa zobrazí vedľa číselného údajov. Ak prekročíme povolený rozsah váženia váh, na displeji sa zobrazí symbol E alebo OVERLOAD (podľa typu váh).
- b) Tieto váhy majú funkciu tarovanie (funkcia TARE), ktorá slúži na automatické odčítanie hmotnosti nádoby na váženie, resp. obalu. Hmotnosť ľubovoľnej nádoby na váženie vytarujeme stlačením príslušného tlačidla, napr. označeného TARE. Hmotnosť nádoby sa uloží do pamäti.

Postup

Na misku váh najprv položíme nádobu, v ktorej chceme vážiť látku. Chvíľu počkáme na ustálenie číselného údajov a potom hmotnosť nádoby vytarujeme. Na displeji sa opäť objaví nula a po pridaní látky do nádoby bude na displeji zobrazená jej netto hmotnosť, t. j. hmotnosť látky bez nádoby.

- c) Po skončení váženia odložíme z váh všetky vážené predmety a váhy vypneme stlačením príslušného tlačidla, napr. ON/OFF.

7. Nakoniec váhy skontrolujeme a prípadné nečistoty jemne odstránime.

Váženie sa zvyčajne uskutočňuje dvoma spôsobmi, a to priamo a nepriamo (diferenčne).

Priamym spôsobom váženia sa vážia len také látky, ktoré počas váženia nevlhnú (nie sú hygroskopické), neabsorbujú vzdušný oxid uhličitý, prípadne iné zložky zo vzduchu. Najprv presne odvážime nádobu na váženie, do ktorej vložíme potrebné množstvo látky. Odporúča sa odvážiť si vopred potrebnú hmotnosť látky na predvažovacích váhach. Ak vážime na plnoautomatických váhach, aktuálnu hmotnosť sledujeme na displeji a opatrne pridávame alebo odoberáme váženú látku pomocou vhodnej špachtle alebo lyžičky do dosiahnutia požadovanej hmotnosti. Pri starších typoch váh najprv pridáme závažia s požadovanou hodnotou hmotnosti a potom pridávame resp. odoberáme látku do dosiahnutia rovnovážneho stavu.

Nepriamy spôsob váženia – diferenčné váženie sa používa vtedy, keď máme látku odvážiť na určitý počet desatinných miest, ale jej hmotnosť sa môže pohybovať v určitom rozsahu. Pri navažovaní postupujeme tak, že najskôr odvážime nádobu s látkou, potom potrebné množstvo látky odoberieme a opäť odvážime nádobu so zvyšujúcou látkou. Rozdiel medzi prvým a druhým vážением udáva hmotnosť odobratej látky. Nepriamym spôsobom sa vážia látky nestále na vzduchu a látky, ktoré nemôžeme z nádoby úplne vysypať alebo vyliat.

Napr. ak úlohou je odvážiť na analytických váhach presne 0,10 g – 0,12 g tuhej látky (L), postupujeme tak, že do navažovačky navážime na rýchlováhach asi 0,11 g. Presnú hmotnosť navažovačky s látkou zistíme vážением na analytických váhach (napr. 11,1243 g = m_1). Z navažovačky vysypeme látku do príslušnej nádoby a vyprázdnenú navažovačku opäť presne odvážime na analytických váhach (napr. 11,0134 g = m_2). V navažovačke môže ostať malé množstvo látky priľnuté na jej steny. Skutočnú hmotnosť $m(L)$ vysypanej látky zistíme tak, že od hmotnosti navažovačky m_1 s látkou odčítame hmotnosť m_2 vyprázdnenej navažovačky.

$$m(L) = m_1 - m_2 = 11,1245 \text{ g} - 11,0134 \text{ g} = 0,1109 \text{ g}$$

5.2 Meranie objemu

Meranie objemu je operácia, ktorou sa zisťuje objem kvapalín, plynov a tuhých látok. **Objem** je fyzikálna veličina, ktorej jednotkou je meter kubický (m^3). V chemickej laboratórnej praxi sa bežne používajú jednotky tisíckrát a miliónkrát menšie ako je meter kubický – dm^3 (decimeter kubický) a cm^3 (centimeter kubický). V laboratóriách je pre objem zaužívanou jednotkou liter (l, L) a jej zlomky mililiter (ml, mL), prípadne mikroliter (μl , μL). Liter je vedľajšia jednotka sústavy SI. Pre jednotky objemu platí:

$$1 \text{ l} = 1 \text{ dm}^3 = 1 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3, \quad 1 \text{ ml} = 1 \text{ cm}^3 = 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3, \quad 1 \mu\text{l} = 1 \text{ mm}^3 = 1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3, \\ 1 \text{ dm}^3 = 1000 \text{ cm}^3 = 1 \cdot 10^6 \mu\text{l}.$$

Objem tuhej látky sa v chemickom laboratóriu meria najmä vtedy, keď potrebujeme stanoviť jej **hustotu**. V prípade, že látka je homogénna a má tvar jednoduchého pravidelného telesa, môžeme jej objem vypočítať z jeho rozmerov.

Väčšinou objem látky vypočítame nepriamo. Látku ponoríme do kvapaliny a zmeriame objem vytlačenej kvapaliny alebo zmeriame hmotnosť vytlačenej kvapaliny so známou hustotou.

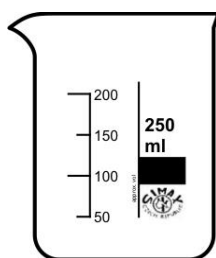
Upozornenie: Látka sa nesmie rozpúšťať v použitej kvapaline a ani s ňou reagovať.

Na meranie objemu plyných látok sa používajú plynové byrety, ktoré sa vyrábajú v rôznych vyhotoveniach.

V chemických laboratóriách sa najčastejšie merajú objemy kvapalín. Na meranie sa používajú rozličné odmerné nádoby, ktoré sa líšia veľkosťou, spôsobom a presnosťou merania objemu.

5.2.1 Meranie objemu kvapalín

Na meranie objemu kvapalných čistých látok a roztokov sa používajú rôzne odmerné nádoby, ktorých tvar, rozmery a veľkosť sú normalizované štátnymi normami. **Odmerné nádoby sú kalibrované spravidla pri teplote 20 °C, čo je na nich vždy vyznačené.** Podľa požadovanej presnosti sa ich objem môže odmerať odmerným valcom, odmernou bankou, pipetou, byretou, pyknometrom, prípadne kadičkou (kap. 3.3.2).



Obr. 5.4 Kadička

Na orientačné zisťovanie objemov kvapalín sa môžu používať **kadičky** rôznej veľkosti, na ktorých je vyznačená stupnica s delením po 20, 50 alebo 100 cm³ podľa typu kadičky (obr. 5.4). Tieto kadičky však nie sú kalibrované a nemožno ich považovať za odmerné nádoby. Objemy, vyznačené na vonkajšej stene kadičky, sú len orientačné. Môžu nám však dobre poslúžiť, ak chceme odparovaním (varom) znížiť objem roztoku alebo naopak, ak chceme roztok v kadičke zriediť, napr. v objemovom pomere 1 : 1.

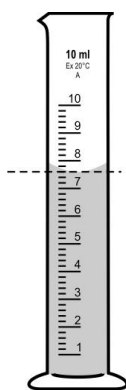
Na povrchu **odmerného skla** sa nachádzajú rozličné rysky a značky. Poznanie ich významu nám umožní s nádobou správne zaobchádzať a odmeriavať objem kvapaliny s maximálnou možnou presnosťou. Vždy je uvedený objem odmernej nádoby v cm³ alebo ml a teplota, ktorú má mať odmeriavaná kvapalina.

Podľa spôsobu vyznačenia objemu poznáme odmerné nádoby delené a nedelené. Objem v **nedelených odmerných nádobách** býva vyznačený len jednou ryskou. Tieto nádoby slúžia na odmeriavanie len jedného objemu. Používajú sa najmä v analytickej chémii. Vyrába sa vždy séria niekoľkých bežne používaných veľkostí. Na povrchu **delených odmerných nádob** je vyznačená stupnica, pričom jednotlivé rysky zodpovedajú danému objemu. Môžeme nimi odmerať ľubovoľný objem až do maximálneho objemu odmernej nádoby (napr. odmerné valce, delené pipety a byrety). Výber odmernej nádoby treba prispôbiť meranému objemu. Ak použijeme neúmerne veľkú nádobu, zväčší sa relatívna chyba pri odčítaní objemu. Ak použijeme nádobu menšiu ako je požadovaný objem, musíme objem merať viackrát, čím sa takisto zväčší chyba merania (spočítajú sa absolútne chyby každého merania). Správne je, ak pri meraní je delená odmerná nádoba naplnená kvapalinou asi na 80 %.

Na povrchu odmerných nádob sa okrem rysiek nachádzajú špeciálne značky, napr. teplota v °C, objem nádoby v cm³ (ml) a iné údaje, ktoré udávajú, za akých podmienok odmeriame potrebný objem s presnosťou udanou výrobcom. Meraná kvapalina musí mať teplotu, ktorá je uvedená na odmernej nádobe. Dodržanie teploty je dôležité, lebo objem kvapaliny sa s teplotou mení. Laboratórne sklo je kalibrované na konkrétnu teplotu odmeriavanej kvapaliny. Zvyčajne je to laboratórna teplota. Pri bežných operáciách je dovolená odchýlka asi 5 °C. K vážnej chybe môže celkom nepozorovane dôjsť napr. pri meraní práve pripraveného roztoku kyseliny. Pri príprave roztoku kyseliny (aj niektorých iných roztokov) sa uvoľňuje teplo, ktoré kvapalinu zohreje na dosť vysokú teplotu. Ak odmeriame objem roztoku kyseliny hneď po jeho príprave, bude objem po ochladení menší ako sme odmerali. Odmerné banky sa nesmú vystavovať teplotám vyšším ako 80 – 100 °C. Banky sa vplyvom tepla rozťahujú a návrat na pôvodný objem je veľmi pomalý, niekedy dokonca ostanú navždy zdeformované.

Zapamätajte si!

- Pri meraní objemu kvapalín treba dodržiavať predpísanú teplotu.
- Odmernými nádobami neodmeriavame horúce a ani veľmi studené kvapaliny.
- Odmerné sklo sa nesmie sušiť vo vyhrievaných sušiarňach.
- Pred použitím musí byť odmerné sklo dôkladne vyčistené (odmastené a suché).



Obr. 5.5
Meniskus
(odmerný valec
s kvapalinou)

Meniskus. Na správne zmeranie objemu je dôležitá presnosť jeho odčítania zo stupnice alebo z rysky. Odmerné nádoby sú kalibrované na odčítanie tzv. spodného okraja menisku (obr. 5.5). Meniskom sa nazýva oblúkovité prehnutie kvapaliny, ktoré vzniká na rozhraní kvapaliny, steny nádoby a vzduchu vplyvom povrchového napätia. Pri odčítaní sa musí oko pozorovateľa nachádzať na úrovni spodného okraja menisku, aby nedošlo k vzniku tzv. *paralaxnej chyby*. Ak sa nachádza oko pod alebo nad úrovňou menisku, je odčítaný objem iný ako zodpovedá skutočnosti. Pri nepriehľadných roztokoch, ako je napr. roztok manganistanu draselného, sa zvykne odčítavať horný okraj menisku.

Odmerné valce slúžia na približné odmeriavanie objemu kvapalín. Vyrábajú sa v objemoch: 5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 1000 a 2000 cm³. Sú to delené sklenené prípadne plastové valce so širším podstavcom, ktoré majú na stenách značky (rysky) po jednom alebo viacerých mililitroch a zvyčajne majú výlevku (obr.

5.5). Povolené odchýlky objemu odmerných valcov predstavujú niekoľko desiatín percenta ich celkového objemu. Ich presnosť je oproti ďalej uvedeným odmerným nádobám nízka. Pre určitú skupinu laboratórných prác je ich používanie úplne postačujúce a vzhľadom na rýchlu manipuláciu s nimi aj výhodné. Sú z hrubostenného skla, a preto neznášajú náhle zmeny teploty (môžu popraskať). Neodmeriavame nimi objem horúcich kvapalín a ani v nich horúce roztoky nemiešame a neriedime (napr. neriedime roztok kyseliny sírovej vodou).

Postup

Vyberieme si odmerný valec s vhodnou veľkosťou podľa množstva meranej kvapaliny. Valec má byť naplnený na 60 – 100 % svojho objemu. Pri plnení musíme dávať pozor, aby odmeriavaná kvapalina nestekala po vnútorných stenách valca. Na plnenie menších valcov sa odporúča použiť lievik.

Odmerné banky (obr. 5.6) sa používajú na presné meranie objemov pri príprave roztokov s presnou koncentráciou. Dá sa nimi odmerať len ten objem, ktorý je na nich vyznačený (5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 alebo 2000 cm³; kap. 3.3.2). Majú „hruškovitý“ tvar s dlhým a úzkym hrdlom, na ktorom je po celom obvode ryskou vyznačený ich daný objem. Plnia sa v zvislej polohe pomocou lievika alebo plastickou striekačkou a nakoniec pipetou tak, že sa meniskus kvapaliny dotkne svojím spodným okrajom uvedenej rysky. Rysku musíme mať vo výške očí. Povolené odchýlky objemu odmerných baniek predstavujú niekoľko stotín percenta ich objemu.



Obr. 5.6 Odmerná banka

Postup

Odmernú banku zvyčajne plníme pomocou lievika s dlhou stopkou siahajúcou až pod rysku. Pri práci musíme dbať, aby sa na hrdle banky uchytilo čo najmenej kvapiek kvapaliny. Po premiešaní by kvapky zriedili roztok. Odmernú banku naplníme takmer po rysku, potom vyberieme lievik a banku opatrne doplníme po značku najčastejšie pomocou pipety. Spodný okraj menisku sa musí dotýkať rysky na jej hrdle. Nakoniec banku uzavrieme zátkou (nie prstom!) a obsah dôkladne premiešame. Potom už kvapky nad meniskom neprekážajú.

Zapamätajte si!

Pri práci s roztokmi v odmerných bankách dodržíme tieto zásady:

- Pred použitím treba odmerný roztok v banke vždy premiešať, aby sa prípadne skondenzovaná voda vo vrchnej časti banky opätovne premiešala s ostatným roztokom.
- Roztok už raz odobratý z odmernej banky nikdy nevraciam späť, aby sme zabránili prípadnému znehodnoteniu celého roztoku jeho znečistením, zriedením a podobne.

Upozornenie: Na každej odmernej banke musí byť nalepený štítok s informáciami o jej obsahu, koncentrácii, prípadne dátum prípravy, meno atď.

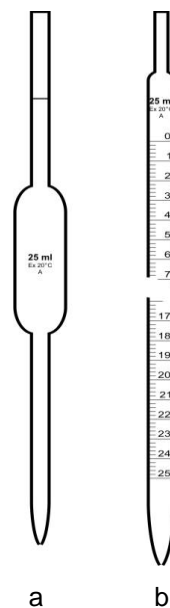
Pipety používame na presné meranie malých objemov. Sú to sklené rúrky, zúžené na jednom konci, niekedy sú v strednej časti rozšírené (kap. 3.3.2). Môžu byť nedelené (kalibrované pri uvedenej teplote len na jeden určitý objem, obr. 5.7 a) alebo delené (dielikované, obr. 5.7 b) so stupnicou na ich povrchu. Nedelené pipety sú presnejšie ako delené. Nedelenými pipetami sa dá odmerať pri uvedenej teplote len taký objem, ktorý je na nich vyznačený (napr. 5, 10, 20, 25, 50 alebo 100 cm³).

Na odmeriavanie veľmi malých množstiev kvapalín od 0,001 cm³ do 1 cm³ a pri opakovaných meraniach sa v niektorých laboratóriách (najmä v biochemických) používajú mikropipety.

V súčasnosti sa na odmeriavanie veľmi malých objemov používajú aj mikrostriekačky – špeciálne pipety, ktoré zaručujú veľkú presnosť a opakovateľnosť pipetovaného objemu.

Pred každým použitím čistú (odmastenú a suchú) pipetu najprv prepláchneme roztokom, ktorý chceme pipetovať.

Upozornenie: Na pipetovanie kvapalín používame pipety len s gumovým balónikom (obr. 5.8), s pipetovacím nadstavcom (valček s piestom, obr. 5.9) alebo použijeme vodnú vývevu. **Roztok nikdy nenasávame ústami!**



Obr. 5.7 Pipeta
a – nedelená,
b – delená



Obr. 5.8 Gumový balónik



Obr. 5.9 Pipetovací nadstavec

Postup

Mierne si navlhčíme ukazovák a nedelenú pipetu uchopíme za horný koniec medzi palec a stredný prst. **Pipetu zbytočne neohrievame rukou.**

Koniec pipety ponoríme do kvapaliny a nasávame vzduch z pipety, až kým hladina kvapaliny nevystúpi asi 2 cm nad objemovú značku a potom horný koniec rýchlo uzavrieme ukazovákom. Pri nasávaní kvapaliny musíme koniec pipety vždy držať pod jej hladinou, lebo pri náhodnom nasatí vzduchu môže roztok prudko a nečakane vniknúť do balónika alebo pipetovacieho nadstavca.

Pipetu vyberieme z kvapaliny a jej spodný vlhký koniec, ak je treba, utrieme kúskom filtračného papiera.

Nadbytok kvapaliny necháme vytiecť z pipety výtokovým otvorom po značku tak, že opatrne uvoľňujeme ukazovák a dávame pozor, aby nedošlo k paralaxnej chybe. Pipetu držíme kolmo a koncom pipety sa šikmo dotýkame steny nádoby s kvapalinou.

Potom opatrne preniesieme pipetu s kvapalinou do pripravenej nádoby. Odmeraný objem necháme voľne vytiecť do pripravenej nádoby tak, že dolný koniec pipety šikmo oprieme o stenu nádoby a necháme prúd kvapaliny voľne stekať po jej stene. Potom počkáme niekoľko sekúnd a nakoniec pipetu ľahko otrieme o stenu nádoby.

Zapamätajte si!

Vypúšťanie pipety nezrýchľujeme fúkaním a ani ju nevymývame.

S malým množstvom kvapaliny v špičke pipety sa počíta už pri kalibrácii.

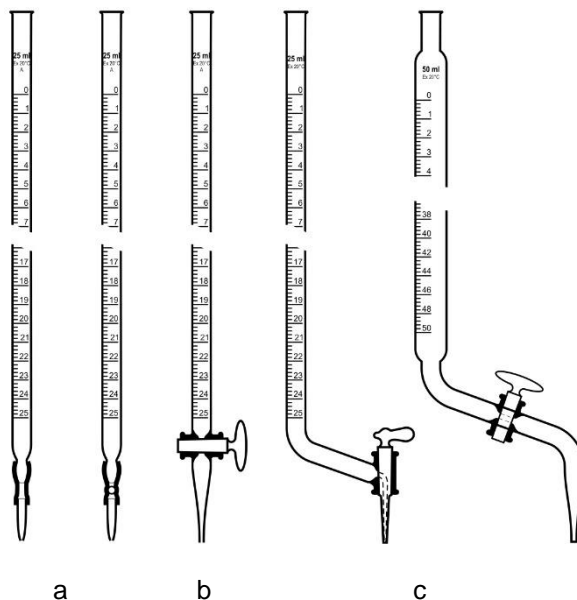
Pri práci s delenou pipetou postupujeme podobne ako s nedelenou pipetou. Rozdiel je v tom, že po vypustení nadpolovičnej väčšiny meraného objemu otočíme pipetu do kolmej polohy, a keď sa hladina kvapaliny priblíži tesne nad značku, po ktorú budeme objem vypúšťať, výtok zastavíme pritísnutím prsta. V tejto polohe podržíme pipetu niekoľko sekúnd a potom vypustíme kvapalinu v kolmej polohe presne až po značku. Nakoniec otrieme špičku pipety o stenu nádoby. Požadovaný objem je daný rozdielom dvoch polôh spodného okraja menisku. Alebo do nej naberieme len požadovaný objem.

Zapamätajte si!

Po skončení práce musíme každú pipetu dôkladne umyť, vypláchnuť destilovanou vodou a nechať vysušiť.

Ak zistíme, že má pipeta poškodenú špičku, považujeme ju za znehodnotenú a vyradíme ju z používania.

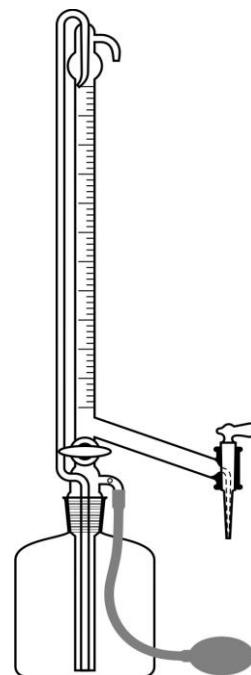
Byrety (obr. 5.10) sa používajú na odmeriavanie presných objemov kvapalín pohybujúcich sa v určitých rozsahoch. Sú to sklené trubice s rovnakým priemerom, opatrené stupnicou s jemným delením objemu, ktoré sa podobajú na delené pipety. Rozdiel je v tom, že na spodnom konci byrety je zábrusový výpustný kohút rovný (obr. 5.10 b) alebo postranný (obr. 5.10 c). Na odmeriavanie alkalických roztokov sa niekedy používa byreta bez kohúta, ktorá je uzatvorená gumovou hadičkou s tlačkou. Kohút byrety je nutné natrieť jemnou vrstvičkou špeciálneho tuku na zábrusy (silikónová pasta, Ramsayov tuk). Spravidla sa používajú byrety s objemom 10, 25 a 50 cm³, ktorých stupnica je zvyčajne delená po 0,1 cm³ (kap. 3.3.2). Byreta s objemom 50 cm³ má dovolenú odchýlku objemu $\pm 0,08$ cm³ na celý objem. Na semimikroanalytické a mikroanalytické účely sa používajú mikrobyrety s objemom 1, 2 a 5 cm³, ktoré sú delené až na 0,01 cm³.



Obr. 5.10 Rôzne druhy byriet
 a – bez kohúta, b – s rovným kohútom, c – s postranným kohútom

Na časté opakované odmeriavanie objemu sa používajú **automatické byrety** (obr. 5.11). Sú obľúbené pre ich jednoduché plnenie zo zásobnej fľaše umiestnenej pod byretou. Pri plnení pomocou balónika je do zásobnej fľaše vháňaný vzduch a vytlačaná kvapalina naplní byretu. Ak po naplnení byrety prestaneme vháňať vzduch, nadbytočný roztok sa vráti hneď späť do zásobnej fľaše a hladina sa automaticky ustáli na nulovej značke.

Počas merania musí byť bežná byreta pripevnená na stojan v zvislej polohe pomocou držiaka a pri odčítavaní hladiny kvapaliny v byrete (podobne ako pri ostatných odmerných nádobách) musíme mať oči vo výške sledovanej hladiny. Pred použitím je potrebné čistú a dobre odmastenú byretu asi dvakrát dôkladne vypláchnuť malým množstvom daného roztoku. Potom sa presvedčíme, či kohút byrety dobre tesní. Kohút byrety a zábrusové hrdlo na banke musí byť natreté jemnou vrstvičkou špeciálneho tuku (vazelíny) na zábrusy. Roztok z byrety v žiadnom prípade nevyliavame späť do zásobnej fľaše, lebo môže byť znečistený čiastočkami tuku.



Obr. 5.11
 Automatická byreta

Postup

Najprv nalejeme do malej kadičky primerané množstvo kvapaliny zo zásobnej nádoby. Do otvoru v hornej časti byrety vložíme malý lievik. Byretu plníme kvapalinou pomocou malej kadičky cez malý lievik tak, aby kvapalina siahala asi 2 cm nad hornú nulovú značku.

Lievik po naplnení musíme z byrety vybrať, lebo počas merania sa z neho môže uvoľniť kvapka, ktorá by mohla znehodnotiť celé meranie.

Skôr ako začneme odmeriavať objem kvapaliny, musíme skontrolovať, či nie sú prítomné bublinky vzduchu v stĺpci kvapaliny.

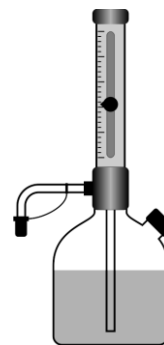
Otvorením kohúta vypustíme také množstvo kvapaliny, aby sme meniskus nastavili na nulovú značku. Zároveň sa odstráni vzduch z dolnej časti byrety. Pokiaľ na špičke ostala kvapka, musíme ju odsáť kúskom filtračného papiera.

Správne odčítame objem vypustenej kvapaliny, pričom dávame pozor, aby nedošlo k paralaxnej chybe.

Po uzatvorení kohúta objem odčítame asi po 30 sekundách. Počkáme, kým film kvapaliny stečie a hladina menisku sa ustáli. Vzhľadom na veľký povrch vnútorných stien byrety nie je množstvo kvapaliny prilnutej na stenu byrety zanedbateľné a zanedbaním tohto objemu by sme sa mohli dopustiť veľkej chyby. Kvapku, ktorá ostane na špičke byrety, treba pridať k odmeranému roztoku.

Pri práci dbáme o dostatočnú vzdialenosť byrety od varičov, horiacich kahanov a iných zdrojov tepla (objem meraných kvapalín závisí od teploty).

Dávkovače kvapalín (obr. 5.12) nasadené na zásobných fľašiach umožňujú rýchle a presné dávkovanie kvapalín. Sú zhotovované z ušľachtilých materiálov (špeciálne sklo, korund, teflón, platina), a tým vhodné aj pre dávkovanie agresívnych kvapalín ako sú koncentrované kyseliny, hydroxidy, solné roztoky a mnoho organických rozpúšťadiel. Podľa spôsobu dávkovania delíme ich na dávkovače s kontinuálne nastaviteľným objemom a dávkovače s pevne nastaveným objemom. Tieto umožňujú opakované dávkovanie nastaveného objemu kvapaliny zo zásobnej fľaše. Napr. na bežné používanie je vhodný dávkovač, ktorý umožňuje dávkovanie roztoku koncentrovanej kyseliny sírovej po $0,2 \text{ cm}^3$ v rozmedzí $1 - 10 \text{ cm}^3$ s presnosťou $\pm 0,5 \%$.



Obr. 5.12
Dávkovač kvapalín

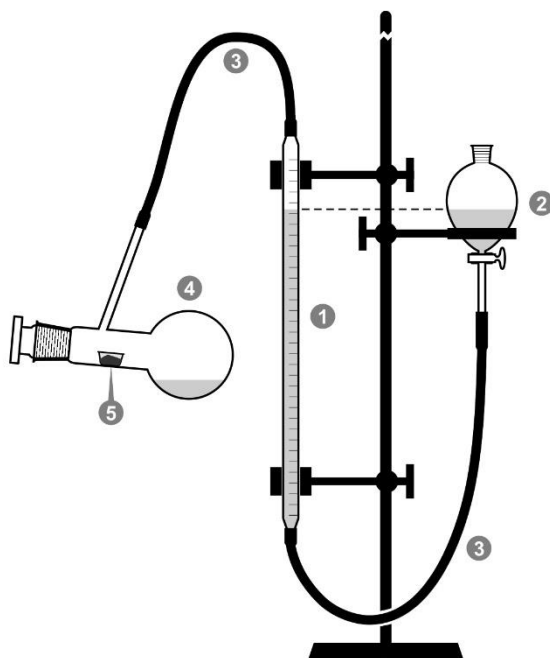
Upozornenie: Skôr ako začnete s dávkovaním kvapaliny, oboznámte sa vopred s návodom na použitie dávkovača od výrobcu.

5.2.2 Meranie objemu plynov

Väčšie objemy plynov ako 150 cm^3 sa merajú pomocou kalibrovaných fliaš alebo vzorkovnic na plyny. Na meranie menších objemov plyných látok sa najčastejšie používajú plynové byrety a mikrobyrety rôznej konštrukcie.

Upozornenie: Meranie objemu plynu musí byť spojené s meraním jeho teploty a tlaku.

Plynové byrety sú sklené trubice s rovnakým priemerom, ktoré majú na povrchu stupnicu s delením objemu po jednom alebo viacerých mililitroch.



Obr. 5.13 Aparatúra s plynovou byretou na meranie objemu plynu
1 – plynová byreta, 2 – oddeľovací lievnik, 3 – hadice,
4 – frakčná banka (reaktor), 5 – lodička so vzorkou

Na obr. 5.13 je zobrazená aparatúra s plynovou byretou (1) na meranie objemu uvoľneného plynu. Na spodnom konci plynovej byrety sa nachádza úzka rúrka, ktorá slúži na pripojenie oddeľovacieho lievika (2) pomocou silikónovej alebo gumovej hadice (3). Veľmi dôležitou súčasťou plynovej byrety je uzatváracia kvapalina, ktorá sa nachádza v plynovej byrete a v oddeľovacom lieviku. Nad jej hladinou sa meria objem plynu. Výber vhodnej kvapaliny sa robí podľa požadovanej presnosti merania a vlastností plynu. Plyn, ktorého objem sa má zmerať, nesmie sa rozpúšťať vo vybranej kvapaline a ani nesmie s ňou reagovať. Tiež je dôležité, aby kvapalina nebola príliš viskózna, veľmi prchavá a aby málo zmáčala sklo. Vodu ako uzatváraciu kvapalinu môžeme použiť na meranie objemu takých plynov, ktoré sa v nej nerozpúšťajú, prípadne sa rozpúšťajú len veľmi málo (menej presné merania). Rozpustnosť plynu vo vode môžeme zmenšiť tak, že ju nasýtime meraným plynom (napr. prebublávaním). Tiež možno použiť vodné roztoky niektorých solí, napr. vodný roztok chloridu sodného alebo okyslený vodný roztok síranu sodného (20 % Na_2SO_4 , 5 % H_2SO_4). V niektorých prípadoch sa používa ortuť, avšak v súčasnosti je jej použitie obmedzované najmä pre jej toxické výpary. Z organických kvapalín sa môže použiť napr. glycerol, parafínový olej a dibutylftalát. Veľmi málo prchavý dibutylftalát je vhodný na meranie objemov niektorých plynov, ako je kyslík alebo

vodík, ktoré sa v ňom prakticky nerozpúšťajú. Na lepšiu orientáciu sa uzatváracia kvapalina farbí vhodným organickým farbivom.

Princíp merania objemu plynu plynovou byretou spočíva v tom, že meriame objem uzatváracej kvapaliny, ktorú z byrety vytlačil meraný plyn. Vzhľadom na ľahkú stlačiteľnosť plynov musí byť hladina uzatváracej kvapaliny vo vyrovnávacej nádobke v rovnakej výške ako hladina v byrete.

Skôr ako začneme merať objem plynu, musíme zostaviť jednoduchú aparatúru (obr. 5.13), ktorá pozostáva z kalibrovannej plynovej byrety (1), z vyrovnávacej nádoby – oddeľovacieho lievika (2), zo spojovacích hadíc (3), zo zdroja meraného plynu – reaktora – frakčnej banky so zátkou (4), a stojana s držiakmi. Najprv spojíme hadicou byretu s oddeľovacím lievikom, ktorý bude slúžiť na nasávanie plynu (alebo na jeho vypudzovanie) a na vyrovnávanie tlaku. Namiesto oddeľovacieho lievika môžeme použiť ďalšiu byretu alebo nekalibrovanú rúrku. Horný koniec byrety spojíme hadicou s bočnou rúrkou frakčnej banky. Byretu, oddeľovací lievik a frakčnú banku pripevníme na stojan držiakmi. Do oddeľovacieho lievika nalejeme také množstvo uzatváracej kvapaliny, aby výška hladiny kvapaliny v lieviku bola v tretine jeho výšky a v byrete bola blízko k nulovej značke (sú to spojené nádoby). V našich úlohách budeme používať ako uzatváraciu kvapalinu vodu. Pri plnení týchto spojených nádob musíme dávať pozor, aby sa nevytvorila vzduchová bublina. Ak sa vytvorí, napr. v hadici, odstránime ju pohybovaním lievika s hadicou smerom hore a dole. V takto zostavenej aparatúre si najprv upravíme tlak na atmosférický tak, že budeme pohybovať v zvislom smere oddeľovacím lievikom dovtedy, pokiaľ sa výška hladiny kvapaliny (vody) v byrete nebude rovnať výške hladiny v lieviku.

Pred začatím merania vyskúšame vzduchotesnosť aparatúry (obr. 5.13): Po ustálení výšky hladiny vody zdvihneme oddeľovací lievik (2) smerom hore. Ak je aparatúra vzduchotesná, výška hladiny vody v byrete (1) sa časom nemení. Potom oddeľovací lievik vrátime do pôvodnej polohy, v ktorej sú výšky hladín uzatváracej kvapaliny v byrete a v lieviku, t. j. v spojených nádobách, rovnaké a zaznačíme si výšku hladiny vody v byrete.

Skôr ako spustíme reakciu, nalejeme do frakčnej banky kvapalinu, napr. roztok peroxidu vodíka (kap. 9.20.3) alebo roztok kyseliny chlorovodíkovej (kap. 10.8.2). Do hrdla frakčnej banky opatrne vložíme lodičku s odváženým množstvom vzorky (5), napr. s katalyzátorom (kap. 9.20.3) alebo s peroxidokomplexom (kap. 10.8.2). Potom frakčnú banku uzatvoríme zátkou, pripojíme ju hadicou k byrete a otočíme do zvislej polohy tak, aby lodička spadla do kvapaliny. Po zmiešaní vzorky s kvapalinou sa spustí reakcia spojená s uvoľňovaním plynu. Vzniknutý plyn vytlačí vodu (uzatváraciu kvapalinu) z byrety do oddeľovacieho lievika. Po skončení reakcie počkáme, kým sa frakčná banka ochladí na laboratórnu teplotu. Potom znovu upravíme tlak v aparatúre na atmosférický tak, že budeme pohybovať oddeľovacím lievikom v smere hore a dole dovtedy, až bude výška hladiny vody v byrete a v lieviku rovnaká. Nakoniec odčítame objem vody v byrete. Ak na začiatku merania hladina vody nebola na nulovej značke, musíme počiatkový objem odčítať od konečného objemu vody. Zároveň zmeriame teplotu a atmosférický tlak. Z objemu vytlačenej vody vypočítame objem vzniknutého plynu a zo stavovej rovnice ideálneho plynu vypočítame jeho látkové množstvo.

Pri presných meraniach musíme brať do úvahy skutočnosť, že sa plyn zachytáva nad hladinou vody. V tomto prípade správnu hodnotu tlaku získame tak, že od atmosférického tlaku odčítame tlak nasýtenej vodnej pary pri teplote experimentu (údaj nájdeme v chemických tabuľkách).

5.3 Meranie teploty

Meranie teploty je dôležitá operácia, ktorú bežne vykonávame pri práci v chemickom laboratóriu. Môžeme merať teplotu, pri ktorej prebieha daná operácia (napr. kryštalizácia, sušenie, destilácia, rozpúšťanie látky pri príprave roztoku) alebo chemická reakcia (napr. zohrievanie reakčnej zmesi, termický rozklad látky).

Základnou veličinou je termodynamická teplota (T), ktorej jednotkou je kelvin. Jeden kelvin (K) je 273,16 diel termodynamickéj teploty trojitého bodu vody. Začiatok termodynamickéj teplotnej stupnice (Kelvinovej stupnice), čiže jej nulový údaj, je pri absolútnej nulovej teplote a veľkosť teplotného stupňa tejto stupnice je zavedená tak, aby trojitému bodu vody zodpovedala teplota 273,16 K. Teda teplota tuhnutia vody je 273,15 K (273,15 K = 0,00 °C pri tlaku 101325 Pa). V súčasnosti sa používa aj Celziova teplotná stupnica. Jej jednotkou je stupeň Celzia (°C), ktorý sa veľkosťou zhoduje s kelvinom. Pre teplotu t meranú v Celziovej stupnici platí:

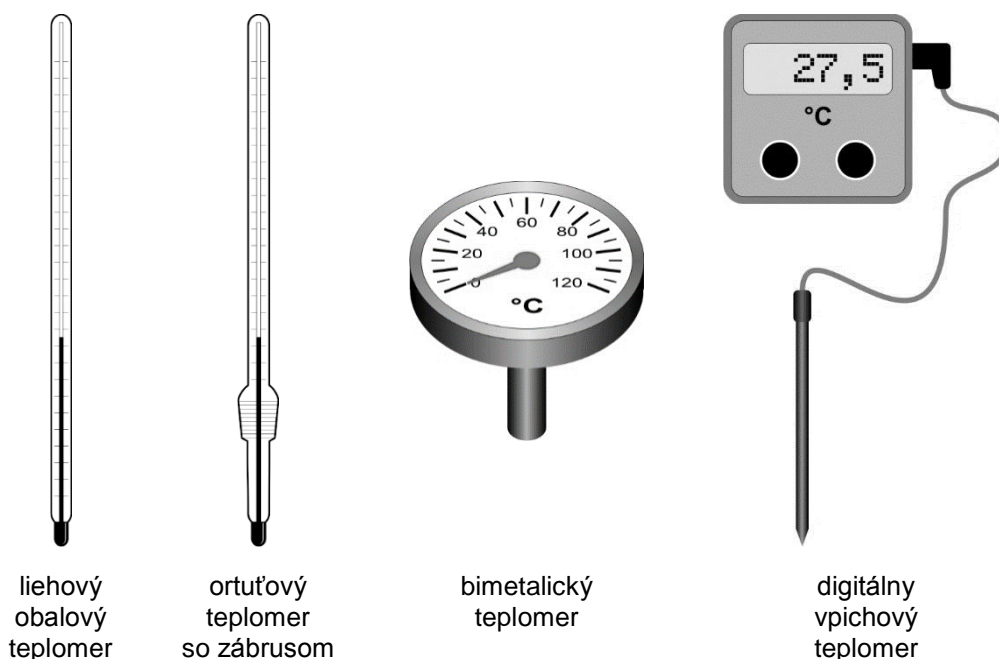
$$\frac{t}{^{\circ}\text{C}} = \frac{T - T_0}{\text{K}} \quad T_0 = 273,15 \text{ K}$$

Určovanie teploty je založené na medzinárodne dohodnutom postupe, ktorý sa opiera o rad pevných teplotných bodov (teploty topenia čistých látok pri definovanom tlaku, trojité body). Určený je aj spôsob merania teploty v jednotlivých teplotných rozsahoch. Meranie teploty sa robí podľa medzinárodnej teplotnej stupnice z roku 1990.

Na meranie teploty sa používa viacero druhov teplomerov (obr. 5.14), ktorých konštrukcia závisí od spôsobu použitia a veľkosti meranej teploty. Pri bežných meraniach sa používajú teplomery založené na tepelnej rozťažnosti kvapalných alebo tuhých látok (*kvapalinové teplomery*, *bimetalické teplomery*), na závislosti elektrického odporu kovov a polovodičov od teploty (*odporové teplomery* a *termistory*), na termoelektrickom jave (*termoelektrické články*, *termočlánky*) a iné. Na meranie veľmi vysokých teplôt sa používajú *pyrometre*.

V chemických laboratóriách sa najčastejšie používajú **kvapalinové teplomery**. Najpoužívanjšie sú etanolové, toluénové, ortuťové a gáliové teplomery. Pre teplomery, ktoré sa používajú pre nízke teploty, sa ako náplň používa modro alebo červeno sfarbený etanol (najnižšia merateľná teplota je – 70 °C), prípadne toluén (najnižšia merateľná teplota je –100 °C). Tieto kvapaliny sa musia farbiť, lebo majú index lomu blízky indexu lomu skla. Pre vyššie teploty sa ako náplň používa ortuť pod zvýšeným tlakom dusíka (do teploty 675 °C) alebo gálium (do teploty 1200 °C). V prípade gáliového teplomera je sklo nahradené taveným kremeňom (SiO₂). Ortuťové teplomery sa vyznačujú veľkou presnosťou. Ortuť je pri tlaku 100 kPa tekutá v teplotnom intervale od –38,9 °C do 357 °C, pričom nezmáča sklo a má konštantný koeficient teplotnej rozťažnosti.

Poznámka: Od roku 2009 je v krajinách Európskej únie zakázaný predaj ortuťových teplomerov z dôvodu veľmi vysokej toxicity ortuti.



Obr. 5.14 Rôzne typy teplomerov

Kvapalinové teplomery sa líšia presnosťou, meracím rozsahom a konštrukciou. Teplomery podľa ich úpravy delíme na obalové, tyčinkové, zábrusové a iné. Pri obalových teplomeroch je kapilára s kvapalinou a stupnica v sklenom ochrannom obale. Pri tyčinkových teplomeroch je kapilára s kvapalinou priamo v sklenej tyčinke a stupnica je vyznačená na povrchu tyčinky. Zábrusové teplomery sú osobitným druhom obalových teplomerov, ktoré sa používajú pri zostavovaní zábrusových aparátúr.

Teplomery sú kalibrované tak, že celý stĺpec náplne teplomera je ponorený do meraného prostredia. V chemických aparátúrach je teplomer zvyčajne čiastočne vysunutý do chladnejšieho prostredia. Pri presných meraniach ortuťovým teplomerom sa nesmie zanedbať vplyv teploty okolia na stĺpec ortuti vyčnievajúci z meranej kvapaliny. S ohľadom na túto skutočnosť je potrebné urobiť korekciu. K nameranej hodnote teploty t treba pripočítať hodnotu Δt , ktorá sa vypočíta podľa vzťahu:

$$\Delta t = 0,00016 n (t - t_0)$$

kde n je počet stupňov, o ktoré vyčnieva ortuťový stĺpec nad merané prostredie, t je teplota na hlavnom teplomere (v meranom prostredí, napr. v aparátúre), t_0 je teplota na pomocnom teplomere, ktorý je uchytený na hlavný teplomer v polovičnej výške vyčnievajúceho stĺpca. Uvedený spôsob určenia korekcie má význam pri presnom meraní vyšších teplôt.

Zapamätajte si!

- S teplomerom pracujeme veľmi opatrne. Nikdy ním nemiešame kvapaliny alebo suspenzie. Kladieme ho na laboratórny stôl tak, aby nemohol spadnúť. Po skončení merania ho umyjeme, osušime a odložíme na bezpečné miesto.
- Ak sa nám náhodou ortuťový teplomer rozbije, ortuť na laboratórnom stole a na podlahe nezametáme a ani neutierame, ale ju dôkladne posypeme práškovou sírou a asi o 15 minút síru s ortuťou (vznikne sulfid ortuťnatý HgS) dôkladne pozametáme a ďalej s ním zaobchádzame ako s toxickým odpadom. Namiesto síry môžeme použiť práškový zinok, s ktorým ortuť tvorí amalgám.
- Horúci teplomer nechladíme studenou vodou a ani ho nepokladáme na studenú odkladaciu plochu (môže prasknúť).

V laboratóriách sa na meranie vysokých teplôt v rozsahu 400 – 1600 °C používajú **termoelektrické články**. Termoelektrické články (*termočlánky*) pracujú na princípe *termoelektrického javu*, ktorý závisí od druhu materiálov vodičov a od rozdielu teplôt spojov. Pri spojení dvoch elektrických vodičov z rôznych materiálov do uzavretého obvodu a udržiavaní jedného spoja na vyššej teplote prechádza obvodom elektrický prúd. Vygenerované termoelektrické napätie sa meria pomocou pripojeného milivoltmetra, na ktorom je stupnica v stupňoch Celzia.

Na reguláciu teploty sa používajú **kontaktné teplomery** (ortuťové alebo kovové). Ak sa dosiahne vo vyhrievanom priestore vopred nastavená teplota, potom sa konce spínacieho teplomera spoja a vypínacie zariadenie preruší ohrev priestoru. Pri poklese teploty sa konce spínacieho teplomera rozpoja a ohrev vyhrievaného priestoru sa obnoví. Kontaktné teplomery sa používajú v rôznych olejových kúpeľoch, v termostatoch, v elektrických sušiarňach a pod.

5.4 Meranie tlaku

Meranie tlaku je ďalšia dôležitá operácia, s ktorou sa môžeme stretnúť v chemickom laboratóriu. Zariadenie slúžiace na meranie tlaku v plyne alebo v tekutine sa nazýva **tlakomer** alebo **manometer**. Tlakomery sa rozlišujú podľa spôsobu použitia. Na meranie atmosférického tlaku (tlaku vzduchu) sa používajú tlakomery, ktoré sa nazývajú **barometre** (obr. 5.15). V praxi sa ako manometer (obr. 5.16) označuje tlakomer, ktorý slúži na meranie tlaku v uzavretom priestore (napr. v pneumatike, v reaktore, v tlakovej nádobe).

Práce v laboratóriu sa zvyčajne vykonávajú pri atmosférickom tlaku. Pri presnom meraní objemu plynu (kap. 5.2.2) je potrebné zmerať nielen jeho teplotu (kap. 5.3), ale aj atmosférický tlak (obr. 5.15). V laboratóriách sa ako zdroj plynov používajú tlakové fľaše (kap. 3.6), ktoré sú opatrené redukčným ventilom s dvomi manometrami (obr. 3.27). Jeden manometer zobrazuje tlak plynu v tlakovej nádobe a druhý manometer zobrazuje tlak na výstupe z tlakovej fľaše. Chemické syntézy a separácie látok sa niekedy uskutočňujú za zvýšeného alebo zníženého tlaku (autoklávy, vákuové vývevy a pumpy) a v mnohých prípadoch je potrebné poznať príslušnú hodnotu tlaku. V technickej praxi sa na vytvorenie podtlaku v uzavretom priestore (tlak menší ako je atmosférický sa nazýva vákuum) používajú rôzne vývevy. Podľa stupňa vytvoreného vákuua rozlišujeme vývevy napr. vodné, difúzne

olejové, rotačné, ionizačné. Vákuum je súčasťou mnohých výrobných technológií. Napr. sa využíva na zníženie teploty varu pri úprave látok a rafinácii, pri homogenizácii materiálov, pri ich výrobe, na odstránenie bubliniek a zhutňovanie. Na meranie veľkého podtlaku sa používa **vákuometer**, na meranie pretlaku a podtlaku **manovákoumer** a na meranie tlakového rozdielu **diferenčný tlakomer**.

Tlak p je fyzikálna veličina definovaná ako pomer tlakovej sily F , ktorá pôsobí kolmo, rovnomerne a spojito na plochu S ($F = p S$). Jednotkou tlaku je pascal (Pa): $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N m}^{-2} = 1 \text{ kg m}^{-1} \text{ s}^{-2}$. Vzhľadom na atmosférický tlak (približne 100 kPa) je táto jednotka veľmi malá, a preto sa v technickej praxi používajú hlavne násobky kilopascal (kPa = 10^3 Pa) a megapascal (MPa = 10^6 Pa). V meteorológii sa tlak vzduchu zvykne uvádzať v jednotkách hektopascal (hPa = 100 Pa). Vo vákuovej technike sa používajú jednotky menšie ako milipascal (mPa = 10^{-3} Pa) a mikropascal ($\mu\text{Pa} = 10^{-6}$ Pa).

V minulosti sa bežne používali aj iné jednotky tlaku. Doteraz sa zvykne tlak udávať v atmosférach, torroch alebo baroch. Technická atmosféra (1 at) vychádzala z tlaku telesa s hmotnosťou 1 kg na plochu 1 cm^2 , čiže $1 \text{ at} = 98066,5 \text{ Pa}$. Fyzikálna atmosféra $1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa}$ (presne). 1 Torr je tlak 1 mm ortuťového stĺpca (presne pri teplote $0 \text{ }^\circ\text{C}$ a tiažovom zrýchlení $g = 9,80665 \text{ m s}^{-2}$). $1 \text{ atm} = 760 \text{ torr}$, teda $1 \text{ torr} = 133,322 \text{ Pa}$. Bar sa používal v meteorológii, $1 \text{ bar} = 100 \text{ kPa}$. V súčasnosti sa táto hodnota uvádza ako štandardný tlak.



Obr. 5.15 Barometer – na vonkajšej stupnici je tlak v hPa a na vnútornej stupnici v mmHg



Obr. 5.16 Manometer

5.5 Meranie hustoty

Hustota $\rho(A)$ ľubovoľnej látky A je fyzikálna veličina, ktorá je definovaná ako podiel hmotnosti $m(A)$ látky a jej objemu $V(A)$.

$$\rho(A) = \frac{m(A)}{V(A)}$$

Jednotka hustoty je kg m^{-3} , v laboratórnej praxi sa však väčšinou používa menšia jednotka g cm^{-3} ($1 \text{ kg m}^{-3} = 0,001 \text{ g cm}^{-3}$).

Napríklad pri práci v chemickom laboratóriu je v niektorých prípadoch výhodnejšie odmeriavať objemy kvapalných látok, ako ich vážiť. Ak poznáme hodnotu hustoty látky, potom na výpočet hmotnosti látky so známym objemom použijeme vyššie uvedený vzťah.

Pri práci s vodnými roztokmi látok často potrebujeme poznať hodnotu hustoty ρ' daného roztoku, ktorá je definovaná ako podiel hmotnosti roztoku m' a objemu celého roztoku V'

$$\rho' = \frac{m'}{V'}$$

Ak poznáme hustotu ρ' roztoku a koncentráciu látkového množstva $c(A)$ látky A v tomto roztoku, môžeme si vypočítať hmotnostný zlomok $w(A)$ látky A v tomto roztoku podľa vzťahu

$$w(A) = \frac{c(A) M(A)}{\rho'}$$

alebo si môžeme vypočítať koncentráciu látkového množstva $c(A)$ látky A v roztoku, ak poznáme hustotu ρ' roztoku a hmotnostný zlomok $w(A)$ látky A, podľa vzťahu

$$c(A) = \frac{w(A) \rho'}{M(A)}$$

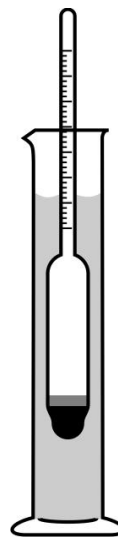
pri dodržaní rozmerovej homogenity ($M(A)$ je mólová hmotnosť látky A).

Napr. ak je hustota roztoku amoniaku $0,9228 \text{ g cm}^{-3}$ a koncentrácia amoniaku v tomto roztoku $10,838 \text{ mol dm}^{-3}$, potom hmotnostný zlomok amoniaku v roztoku je $0,2000$.

Hustoty mnohých anorganických a organických zlúčenín, ako aj hustoty vodných roztokov niektorých látok, bývajú uvedené v chemických tabuľkách. Hodnoty hustoty tuhých a kvapalných anorganických látok sa pohybujú v relatívne širokom intervale od $0,5 \text{ g cm}^{-3}$ do 23 g cm^{-3} . Pri všetkých údajoch hustoty musí byť udaná teplota merania a pri hustote plynov aj hodnota príslušného tlaku. Vplyv tlaku na hustotu tuhých a kvapalných látok sa zvyčajne neberie do úvahy vzhľadom na ich nepatrnú stlačiteľnosť. Hustota čistej látky pri danej teplote a tlaku je fyzikálnou konštantou.

V anorganickom laboratóriu sa najčastejšie určuje hustota kvapalín. Pri meraní hustoty je dôležité dodržiavať konštantnú hodnotu teploty, lebo so zmenou teploty nastáva zmena objemu kvapaliny, a tým aj jej hustoty. Na meranie hustoty kvapalín sa používajú hustometry, pyknometre a Mohrove-Westphalove váhy. Princíp stanovenia hustoty hustomermi je založený na Archimedovom zákone; porovnáva sa hustota meranej kvapaliny s hustotami iných látok. Pyknometer slúži na priame stanovenie hustoty, ktoré spočíva na presnom určení hmotnosti a objemu meranej látky pri danej teplote.

Hustomery sa používajú na rýchle, jednoduché a menej presné stanovenie hustoty. V mnohých prípadoch je ich presnosť vyhovujúca. Nevýhodou je, že táto metóda vyžaduje podstatne väčší objem kvapaliny, než je potrebný na pyknometrické stanovenie hustoty. Hustomery (obr. 5.17) sú sklené trubice uzatvorené na oboch koncoch. Dolná časť je ukončená bankou naplnenou kovovými guľôčkami (napr. olovom), prípadne ortuťou. V rozšírenej časti trubice býva teplomer. Horná časť prechádza do dlhej úzkej rúrky s rovnakým priemerom, ktorá má vo vnútri stupnicu. Každé meranie hustoty sa musí robiť pri takej teplote, pri ktorej bol hustomer kalibrovaný. Na presnejšie meranie v menších intervaloch hustôt sa používajú súpravy (sady) hustomerov. V technickej praxi sa používajú aj hustomery, ktorých stupnica umožňuje priamo odčítať hodnotu veličiny závislej od hustoty. Ako príklady možno uviesť laktometer (obsah tuku v mlieku), sacharometer (obsah cukru v šťave) a liehomer (obsah etanolu vo vodnom roztoku).



Obr. 5.17 Hustomer v odmernom valci s kvapalinou

Postup pri stanovení hustoty hustomerom

Kvapalinu, ktorej hustotu chceme zistiť, nalejeme do odmerného valca primeranej veľkosti (zvyčajne s objemom 100 cm³). Kvapalina by mala byť vyteperovaná na teplotu uvedenú na hustomere.

Hustomer opatrne vložíme do valca tak, aby sa v kvapaline voľne vznášal (plával v zvislej polohe). Hustomer pri ponáraní pridržame, aby sa pri prudkom ponorení nerozbil o dno valca a aby sa jeho horná časť nezamočila.

V prípade, že nepoznáme ani približnú hodnotu hustoty kvapaliny, najprv použijeme hustomer pre najmenšie hustoty a potom postupne vyberáme hustomery pre väčšie hustoty, pokiaľ nenájdeme správny hustomer. Správne je, keď hladina kvapaliny bude vo vnútri intervalu stupnice vybraného hustomera.

Na stupnici hustomera priamo odčítame hustotu meranej kvapaliny tak, že odčítame hodnotu pri dolnej časti menisku meranej kvapaliny (oko musí byť vo výške menisku). Pri meraní sa hustomer musí voľne vznášať v kvapaline, nesmie sa dotýkať stien valca a nesmie byť kvapalinou zvlhčená väčšia časť stupnice nad hladinou kvapaliny.

V niektorých prípadoch stačí poznať len **orientačnú hodnotu hustoty** kvapaliny. Na meranie objemu kvapaliny použijeme čistú a odmastenú odmernú banku s objemom 25 cm³ alebo 50 cm³. Prázdnu odmernú banku odvážeme na analytických váhach (m_1). Odmernú banku s objemom V (údaj je vyznačený na jej povrchu) naplníme meranou kvapalinou po značku a znovu odvážeme (m_2).

Na výpočet hustoty kvapaliny použijeme vzťah

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V}$$

Pyknometer je sklená odmerná nádoba uzatvorená zábrusovou sklenou zátkou (obr. 5.18), v ktorej je vyvítaná kapilára. Jeho objem je stanovený s presnosťou na 0,01 %. Pyknometre sú kalibrované pri určitej teplote a pre rôzne objemy od 2 do 100 cm³ a majú rôzne tvary. Na každom pyknometri je vyznačený jeho objem a teplota, pri ktorej bol kalibrovaný. Často bývajú vybavené teplomerom.



Obr. 5.18
Pyknometer

Postup pri pyknometrickom stanovení hustoty

- Čistý a odmastený pyknometer so zátkou odvážeme na analytických váhach (hmotnosť m_1).
- Meranou kvapalinou naplníme celý objem pyknometra a uzatvoríme zábrusovou zátkou s kapilárou. Teplota kvapaliny pri plnení má byť nižšia ako pri samotnom meraní.
- Pri plnení pyknometra kvapalinou musíme dávať pozor, aby v ňom nebola žiadna vzduchová bublinka. Kapilárny otvor musí byť úplne zaplnený.
- Kvapalinu, ktorá po uzatvorení pyknometra zábrusovou zátkou vystúpi z kapiláry, starostlivo odsajeme čistým filtračným papierom.
- Pyknometer temperujeme asi 30 minút v termostate, v ktorom sa udaná teplota udržuje s presnosťou $\pm 0,1$ °C.
- Potom pyknometer naplnený kvapalinou vyberieme z termostatu, dôkladne osušíme a odvážeme (hmotnosť m_2).

Upozornenie: Pyknometer sa nesmie chytať priamo rukami.

Hustotu kvapaliny vypočítame podľa vyššie uvedeného vzťahu ako podiel hmotnosti kvapaliny a jej objemu. Hmotnosť kvapaliny je daná rozdielom hmotnosti naplneného a prázdneho pyknometra ($m_2 - m_1$) a objem kvapaliny zodpovedá objemu pyknometra (údaj je vyznačený na jeho povrchu). Pri presných stanoveniach sa pyknometre kalibrujú pred každým meraním.