

6 Základné operácie v chemickom laboratóriu

6.1 Príprava roztokov

Chemické reakcie uskutočňujeme najčastejšie v roztokoch. Rozpúšťadlo má veľký vplyv na priebeh chemických reakcií – zrieduje reaktanty, odvádza reakčné teplo, riadi chemickú reakciu za vzniku určitého produktu. Vhodná voľba rozpúšťadla môže viesť k posunu rovnováhy chemickej reakcie žiadaným smerom, alebo uľahčiť izoláciu produktu.

Rozpúšťanie je proces, pri ktorom z dvoch alebo viacerých fáz vzniká fáza jedna – roztok. **Roztokom** rozumieme homogénnu sústavu (fázu), skladajúcu sa najmenej z dvoch chemických látok – zložiek, ktorých pomer sa môže v určitých rozmedziach plynule meniť. Zložkami roztoku sú **rozpúšťadlo** a **rozpustené látky**. Látku, ktorá je v sústave vo veľkom nadbytku označujeme ako rozpúšťadlo. Homogénna (rovnorodá) zmes – je zmes, v ktorej má látka v celej sústave rovnaké vlastnosti a v ktorej nemožno rozoznať jej zložky, napr. kvapalné roztoky, zmes plynov, zliatiny. Najčastejšie pripravujeme roztoky tuhých, kvapalných alebo plyných látok v kvapalinách.

Kvapalný roztok – rozpustená tuhá, kvapalná alebo plyná látka v kvapaline (ovocná šťava, ocot, minerálka). Pri chemických syntézach najčastejšie pripravujeme roztoky rozpúšťaním tuhej látky. Kvapaliny môžu byť neobmedzene miešateľné (napr. voda a etanol) alebo miešateľné len čiastočne, takže vytvárajú dve oddelené fázy s odlišným zložením (napr. voda a dietyléter), prípadne prakticky nemiešateľné (napr. voda a sírouhlík).

Plynný roztok – plyny sa navzájom vždy dokonale miešajú, čím vytvárajú homogénnu plynú zmes – plyný roztok, napr. čistý vzduch, zemný plyn.

Tuhý roztok – vzniká rozpúšťaním plynov, kvapalín alebo tuhých látok v tuhých látkach (sklo, zliatiny kovov, oceľ).

Pri rozpúšťaní látok v danom rozpúšťadle môžu nastať dva krajné prípady:

- Rozpúšťaná látka sa postupne rozptyľuje medzi častice rozpúšťadla, z roztoku ju možno získať v nezmenenej forme (napr. rozpúšťanie kyslíka, dusíka, cukru vo vode).
- Medzi rozpúšťacou látkou a rozpúšťadlom prebieha chemická reakcia, ktorá natrvalo mení charakter rozpúšťanej látky (napr. reakcia kovov s kyselinami, amoniakom, s vodou).

Pri príprave kvapalných roztokov v chemickom laboratóriu väčšinou volíme také rozpúšťadlo, ktoré nebude reagovať s rozpustenou zlúčeninou, t. j. bude inertné. V takom prípade môžeme konštatovať:

Pri rozpúšťaní sa nemení chemické zloženie sústavy, ak neberieme do úvahy solvatáciu častíc a disociáciu vodných roztokov kyselín, zásad alebo solí.

Rozpúšťadlá klasifikujeme podľa polarít, koordinačných schopností, schopnosti vymieňať ióny H^+ a mnohých ďalších aspektov. Na rozpúšťanie anorganických solí iónovej povahy sú vhodné veľmi polárne rozpúšťadlá s veľkými koordinačnými schopnosťami (napr. voda). Organické látky sa väčšinou rozpúšťajú v rozpúšťadlách s menšou polaritou. Najčastejšie používanými rozpúšťadlami sú:

- voda, dimetylsulfoxid, kyselina octová – polárne;
- metanol, etanol, acetón – menej polárne;
- dietyléter, chloroform, toluén, hexán – (takmer) nepolárne.

Všeobecne platí pravidlo, že dobré rozpúšťadlo je svojou chemickou povahou podobné rozpúšťanej látke, čiže podobné látky sa rozpúšťajú v podobnom rozpúšťadle.

Pri voľbe rozpúšťadla musíme brať do úvahy jeho prchavosť, toxicitu (mnohé sú veľmi jedovaté), ako aj spôsob následného zneškodňovania použitého rozpúšťadla. Keďže je pri reakcii rozpúšťadlo v značnom nadbytku voči reaktantom, aj malé množstvo nečistôt v rozpúšťadle môže ovplyvniť priebeh chemickej reakcie. Preto je potrebné rozpúšťadlá pred použitím čistiť. Vodu prečistíme destiláciou, čím ju zbavíme rozpustených solí, organické rozpúšťadlá musíme zbaviť nečistôt organickej povahy a zvyšku vody destiláciou a sušením.

Rýchlosť rozpúšťania látky v rozpúšťadle je daná povahou látky (solí, kovalentné zlúčeniny) a povahou rozpúšťadla. Tuhé látky sa rozpúšťajú rýchlejšie, ak zväčšíme ich povrch (napr. rozotrením), zvýšením teploty rozpúšťadla (pri väčšine látok rozpustnosť s rastúcou teplotou rastie), intenzívnym miešaním alebo trepaním.

Postup prípravy roztokov tuhých látok

- Tuhú látku vopred jemne rozotrieme (používajú sa porcelánové, sklené alebo achátové trecie misky).
- Odvážime potrebné množstvo tuhej rozotretej látky.
- Látku postupne za miešania pridávame do kadičky s rozpúšťadlom (cca polovica potrebného objemu), po premiešaní doplníme zvyšným objemom rozpúšťadla.
- Kontrolujeme teplotu kvapaliny. V prípade, ak teplota klesá, kvapalinu ohrievame (vodný kúpeľ), ak sa roztok zahrieva, chladíme ho (vodný kúpeľ, kúpeľ voda/lad).

Postup pri roztieraní tuhých látok

- Čistú, suchú porcelánovú roztieraciu misku naplníme látkou asi do štvrtiny objemu, aby nedochádzalo k vypadávaniu roztieranej látky.
- Porcelánovým roztieradlom krúživým pohybom roztierame látku po stenách misky, pričom meníme smer roztierania.
- Obsah misky prenesieme na hodinové sklo alebo Petriho misku na ďalšie spracovanie.
- Steny roztieracej misky očistíme plastovou lyžičkou a umyjeme.

- Rozpúšťanie mnohých bežných anorganických látok vo vode je veľmi exotermický proces. Hydroxid sodný alebo draselný pridávame preto pomaly do vody v kadičke a miešame, aby sme zabránili prilepeniu granuliek na dno sklenej nádoby. Koncentrovanú kyselinu sírovú lejeme tenkým prúdom po tyčinke za miešania do vody v kadičke.

Z bezpečnostných a hygienických dôvodov sa používa na nasávanie kvapalín do pipety gumový (nasávací) balónik. Typ balónika s tromi ventilmi (obr. 5.8) používaný v laboratórnom cvičení umožňuje dodržanie bezpečnej manipulácie s agresívnymi roztokmi kyselín a zásad.

Zapamätajte si!

- Nikdy nepridávame vodu k tuhým hydroxidom (NaOH alebo KOH)!
- Nikdy neležeme vodu do koncentrovanej kyseliny sírovej!

Z takýchto zmesí môže v dôsledku prehriatia vyprsknúť časť kvapaliny, čo ohrozuje našu bezpečnosť pri práci.

Postup pri príprave roztoku s presnou koncentráciou

Pri príprave roztoku s presnou koncentráciou musíme potrebné množstvo rozpúšťanej látky navažovať na analytických váhach (obr. 5.3).

Pri príprave roztoku rozpustenie tuhej látky robíme v kadičke a číry roztok (ak je potrebné prefiltrujeme) kvantitatívne prenesieme do odmernej banky daného objemu (obr. 5.6), v ktorej uskutočníme už iba zriedovanie (doplnenie rozpúšťadla po značku). Kvantitatívne prenesenie roztoku z kadičky do banky uskutočníme preliatím roztoku po tyčinke pomocou lievika a niekoľkonásobným opláchnutím nádoby, v ktorej bol pôvodne roztok malým množstvom rozpúšťadla (podrobný postup – kap. 5.2.1).

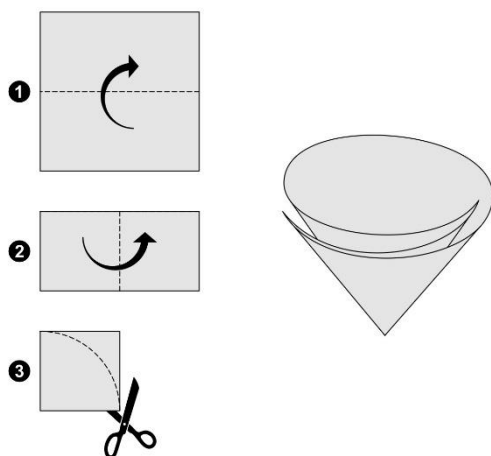
Ak sa pri zriedovaní sústava samovoľne zahrieva, dáme do banky najprv rozpúšťadlo (vodu) a až potom pridávame roztok s rozpustenou látkou.

6.2 Filtrácia

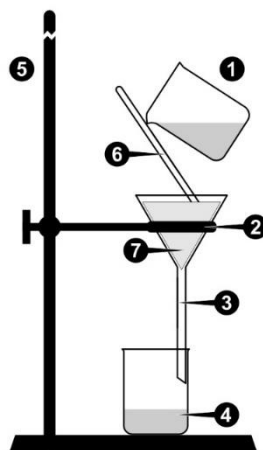
Filtrácia je oddelovanie zmesi dvoch fáz, kvapalnej od tuhej, pomocou priepustného materiálu, ktorým prechádza len jedna z oboch fáz. Na separáciu tuhej fázy od kvapalnej sa využívajú rôzne metódy filtrácie, ako aj rôzne druhy filtrov. Veľkosť pórov filtračného materiálu volíme vzhľadom na zrnitosť tuhej látky, ktorú chceme odfiltrovať. Na kryštalické látky stačí filter s väčšou pórovitosťou, zatiaľ čo veľmi jemné kryštalické (tzv. mikrokryštalické) alebo amorfné látky, zákaly a pod. filtrujeme na filtroch s menšou pórovitosťou (jemné filtre). Rýchlosť filtrácie závisí od veľkosti pórov filtra – čím sú póry väčšie, tým je filtrácia rýchlejšia.

6.2.1 Filtrácia pri atmosférickom tlaku

Najjednoduchšou metódou oddelenia tuhej fázy od kvapalnej je filtrácia pomocou filtračného lievika a jednoduchého papierového filtra zodpovedajúcej pórovitosti, s cieľom získať filtrát zbavený tuhých nečistôt. Pripravíme si jednoduchý (hladký) filter (obr. 6.1), ktorý vložíme do filtračného lievika.



Obr. 6.1 Zhotovenie jednoduchého filtra



Obr. 6.2 Filtrácia pri atmosférickom tlaku

- 1 – kadička so suspenziou,
- 2 – filtračný kruh,
- 3 – filtračný lievik,
- 4 – filtrát,
- 5 – stojan,
- 6 – sklená tyčinka,
- 7 – jednoduchý filtračný papier

Zapamätajte si!

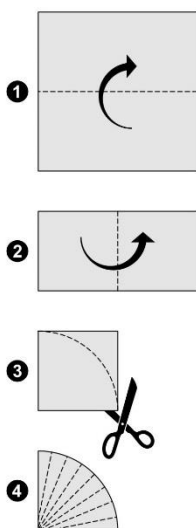
Filter správnej veľkosti siaha asi 1 cm pod okraj filtračného lievika.

Zostavíme filtračnú aparatúru (obr. 6.2), ktorú tvorí filtračný kruh upevnený na stojane, do ktorého vložíme filtračný lievik, a nádoba, napr. kadička, na zachytávanie filtrátu. Pod filtračný lievik umiestnime kadičku tak, aby sa dlhšia strana stopky lievika dotýkala steny kadičky. Filter navlhčíme a uhladíme, aby pod ním neboli bublinky. Musíme dávať pozor, aby nedošlo k roztrhnutiu filtra. Na navlhčenie použijeme zodpovedajúce rozpúšťadlo, ak filtrujeme napr. toluénový roztok, nemôžeme filter navlhčiť vodou! Suspenziu, ktorú chceme filtrovať, necháme usadiť. Na filter nalejeme po tyčinke, ktorou sa dotýkame trojitej vrstvy filtračného papiera, vrchnú vrstvu suspenzie (väčšinou skoro číru kvapalinu). Filtračný lievik naplníme maximálne asi 1 cm pod okraj filtračného papiera. Filtrovanú zmes opakovane nalievame podľa obr. 6.2. Dbáme o to, aby filtrovaná kvapalina vyplňala stopku lievika bez strhávania bublín vzduchu. Až s posledným podielom kvapaliny preniesieme na filtračný papier aj tuhú látku. Na prenesenie zvyšku látky na filter

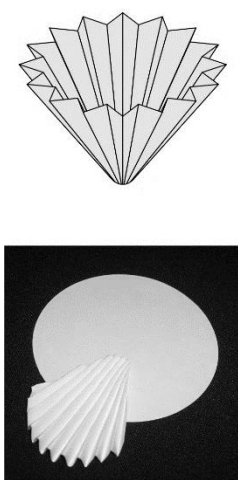
možno s výhodou použiť časť filtrátu. Nikdy nepoužívame na tento účel rozpúšťadlo, v ktorom sme danú tuhú látku rozpúšťali!

Rýchlosť filtrácie závisí od pórovitosti papierového filtra, ako aj od veľkosti častíc filtrovanej fázy.

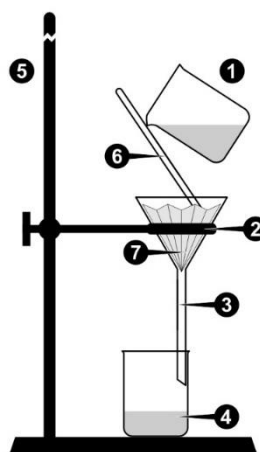
Ak potrebujeme urýchliť filtráciu, môžeme použiť skladaný filter (niekedy tiež nazývaný francúzsky), ktorý vyhotovíme podľa obr. 6.3. Pri tomto filtri sa využíva pri filtrácii celá plocha, filter je však menej mechanicky odolný (obr. 6.4 a 6.5).



Obr. 6.3 Zhotovenie skladaného filtra



Obr. 6.4 Komerčne predávané filtre



Obr. 6.5 Filtrácia s použitím skladaného filtra
 1 – kadička so suspenziou,
 2 – filtračný kruh,
 3 – filtračný lievik,
 4 – filtrát,
 5 – stojan,
 6 – sklená tyčinka,
 7 – skladaný filtračný papier

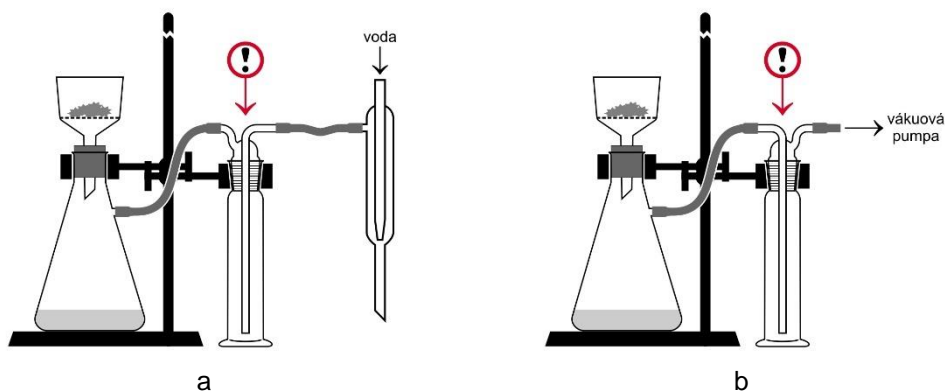
6.2.2 Filtrácia pri zníženom tlaku, odsávanie

Ak chceme oddeliť tuhú látku od kvapaliny rýchlym a pohodlným spôsobom, robíme filtráciu pri zníženom tlaku. Namiesto klasického filtračného lievika sa používa Büchnerov lievik alebo sklenený fritový lievik s rôznou pórovitosťou. Filtračná aparatúra je zobrazená na obr. 6.6 a 6.7.

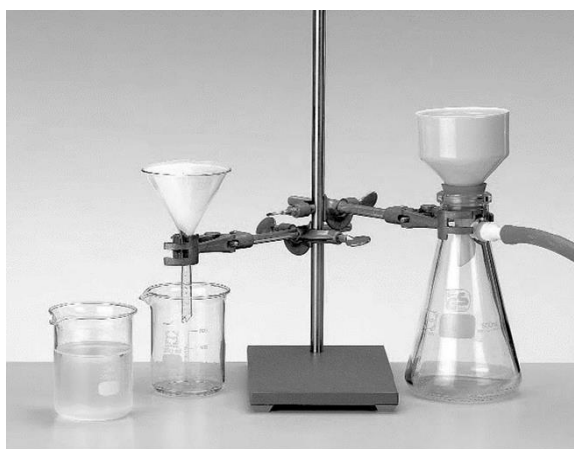
Do Büchnerovho lievika sa vkladá filtračný papier, ktorý si pripravíme nasledovným spôsobom – urobíme kruh z papiera a vložíme ho tak, aby nielen zakryl všetky otvory na dne lievika, ale bol jeho priemer menší asi o 1 mm ako priemer dna.

Zapamätajte si!

Filtračný papier sa nesmie na okraji ohýbať smerom nahor!



Obr. 6.6 Aparatúra na filtráciu pri zníženom tlaku
a – za použitia vodnej vývevy, *b* – za použitia vákuovej pumpy



Obr. 6.7 Možnosti zostavenia aparatúry na filtráciu
vľavo – pri atmosférickom tlaku, *vpravo* – pri zníženom tlaku

Na čistú odsávaciu banku nasadíme Büchnerov alebo fritový lievik (obr. 3.13) v gumenej tesniacej zátke (alebo použijeme gumenú manžetu). Podtlak potrebný na odsávanie dosiahneme použitím vodnej vývevy, ktorá je pripojená tlakovou hadicou cez poistnú nádobu na odsávaciu banku. Ak pracujeme s Büchnerovým lievikom, musíme navlhčiť papier rovnakým rozpúšťadlom, aké je vo filtrovanej suspenzii, aby sa dobre prisal ku dnu. Odpojíme hadicu vývevy z odsávacej banky (vývevu nevypíname), nalejeme na filter časť suspenzie a znova pripojíme hadicu vývevy. Potom pomaly po tyčinke nalievame po častiach filtrovanú zmes (čo najlepšie rozmiešanú); jej výška môže byť najviac 1 cm pod okraj Büchnerovho lievika.

Zapamätajte si!

Po skončení filtrácie, keď už neodteká filtrát, odpojíme hadicu vývevy z odsávacej banky, zatiaľ čo výveva je stále pustená a uzavrieme prívod vody do vývevy. Tento postup je potrebné dodržať v prípade, že nie je zapojená poistná nádoba, pretože by mohlo dôjsť k nasatiu vody do filtrátu.

Ak je potrebné prečistiť filtrovanú látku premývaním, robíme to nasledovným spôsobom. Na filtračný koláč v Büchnerovom lieviku alebo na frite nalejeme rovnomerne (najlepšie použitím striekačky) malé množstvo čistého rozpúšťadla, z ktorého sme tuhú látku kryštalizovali (nie filtrát!). Potom pustíme vývevu a intenzívne odsávame.

Okrem vodnej vývevy sa v laboratóriách používajú centrálné vákuové pumpy. V prípade jej použitia je potrebné umiestniť pred ňu poistnú premývačku, ktorá zabráni vniknutiu rozpúšťadla do centrálnej vákuovej pumpy (obr. 6.6 b).

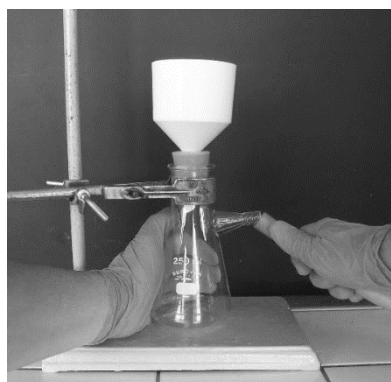
Nakoľko sa používajú tlakové hadice, je potrebné odsávaciu banku upevniť pomocou lapáka (obr. 6.7), aby sa zabránilo jej prevrhnutiu a následne jej rozbitiu.

Postup zapnutia vákuovej pumpy

- Zapnutie hlavného elektrického spínača na paneli pracovného stola.
- Zapnutie elektrického spínača pumpy na paneli pracovného stola.
- Otvorenie ovládacieho kohútika na reguláciu vákuua – kontrola vákuua priložením palca na koniec tlakovej hadice (obr. 6.8 a).
- Zapojenie hadice do odsávacej banky (obr. 6.8 b).



a



b

Obr. 6.8 Použitie vákuovej pumpy
a – kontrola vákuua, b – zapojenie hadice

Postup samotnej filtrácie je zhodný ako pri použití vodnej vývevy. Po skončení filtrácie najprv odpojíme hadicu vývevy z odsávacej banky. Posledným krokom je uzavretie zdroja vákuua!

V súčasnosti sa namiesto Büchnerovho lievika používajú fritové lieviky. Fritové lieviky sú sklenené a majú podobný tvar ako Büchnerov lievik. Majú výhodu v tom, že pri ich používaní nie je potrebný filtračný papier, pretože fritové lieviky majú namiesto perforovaného dna zabudovaný sklený filter (fritu). Hustota jeho pórov určuje, na aké tuhé látky (zrazeniny, kryštálky) sa môže daný fritový lievik použiť a jeho číselné označenie je základnou charakteristikou frity (S1 – S4 je podľa zväčšujúcej sa hustoty filtra, čím vyššie číslo, tým menšia hustota pórov). Použitie fritových lievikov je obmedzené na filtráciu takých tuhých látok, ktoré sa iba sušia. Náhrada papierového filtra za sklený umožňuje filtrovať vo fritových lievikoch aj agresívne látky.

Fritový lievik po filtrácii vyčistíme prepláchnutím rozpúšťadlom, ktoré rozpúšťa zachytený tuhý produkt, ktorý sme predtým filtrovali a následne ešte destilovanou vodou. Ak fritový lievik zostáva znečistený – čistí sa pomocou roztoku kyseliny napr. HCl, HNO₃, ktorý necháme chvíľu pôsobiť a na koniec lievik prepláchneme destilovanou vodou.

Niekedy potrebujeme prefiltrovať ešte horúci roztok tak, aby medzitým nevychladol a nevyučovali sa kryštály už miernym ochladením na filtri. V takýchto prípadoch si zvolíme čo najredší filtračný papier alebo fritu. Filtračný lievik vopred predhrejeme v sušiarňi na teplotu nasýteného roztoku a po začatí filtrácie sa snažíme filtrovať čo najrýchlejšie.

Niektoré zmesi nie je možné filtrovať cez normálny filtračný papier alebo fritu. Napr. veľmi kyslé roztoky sa filtrujú cez sklený papier. Niekedy sa používa aj sklenená vata a rôzne ďalšie špeciálne materiály. Vákuová filtrácia nie je vhodná pre rozpúšťadlá s nízkou teplotou varu, napr. dietyléter, chloroform, alkoholy, keďže dochádza k odparovaniu rozpúšťadla vo vákuu.

Zapamätajte si!

Na správne prefiltrovanie je potrebné zvoliť si zodpovedajúcu filtračnú metódu a filtračný materiál. Jemné zrazeniny filtrujeme najlepšie cez Büchnerov lievik s jemným papierom, kryštalické produkty cez fritu, pri čistení rôznych roztokov od tuhých nečistôt (napr. pri rekryštalizácii) sa používajú často skladané filtre.

Po skončení filtrácie je dôležité aj správne oddelenie tuhej fázy od filtra. Ak sme pri filtrácii použili fritový lievik môžeme produkt vybrať použitím tyčinky alebo špachtle. Z Büchnerovho lievika v žiadnom prípade tuhú látku mechanicky nevyberáme, ani ju nedávame sušiť s filtračným papierom, lebo by mohlo dôjsť k jej znečisteniu čiastočkami filtračného papiera. Správny postup je nasledovný: Büchnerov lievik prikryjeme hodinovým sklíčkom vhodného priemeru, otočíme ho stopkou nahor a silne fúkneme do stopky lievika. Filter s produktom vypadne na sklíčko, kde ho osušíme použitím malého štvorca filtračného papiera, ktorý jemne pritlačíme na vlhký filter. Čiastočne vysušený filter potom ľahko odstránime z povrchu tuhej látky.

Výhodou filtrácie pri zníženom tlaku je, že sa získa suchší produkt za kratší čas. Využíva sa hlavne na získanie tuhého produktu po zrážacej reakcii, resp. po kryštalizácii.

6.3 Zohrievanie

Zohrievanie patrí medzi najdôležitejšie a najčastejšie laboratórne operácie. V laboratóriu používame rôzne spôsoby zohrievania:

1. Priame zohrievanie plameňom plynového kahanu

Je výhodné pre svoju rýchlosť, vysoké teploty, možnosť okamžitého prerušenia ohrevu. Nevýhodou je nepresná a neľahká regulácia teploty. Priamym plameňom zohrievame len tenkostenné predmety zo skla (skúmavky, banky s guľatým dnom, varné banky, kadičky) alebo z porcelánu (tégliky, lodičky). Pri zohrievaní kahanom je potrebné si uvedomiť, že teplota nesvietivého plameňa nie je vo všetkých jeho častiach rovnaká (obr. 3.27).

Zapamätajte si!

Sklené predmety so silnou stenou nezohrievame v plameni kahanu, lebo ľahko praskajú! Horľaviny (alebo látky, ktoré uvoľňujú horľavé plyny) sa nesmú zohrievať priamo nad plameňom!

Pri zohrievaní platí niekoľko všeobecných zásad. Pri zohrievaní kvapaliny na teplotu varu je potrebné vždy používať varné telieska. Varné telieska sú zvyčajne kúsky neglazúrovaného porcelánu, sklenej frity alebo šamotu, sklené guľičky.

V podstate je vhodný akýkoľvek inertný pórovitý materiál, na povrchu ktorého sa ľahko uvoľňujú pary, čím sa zabráni vzniku tzv. utajeného varu (lokálne prehriatie kvapaliny a náhle uvoľnenie pâr).

Zapamätajte si!

Skúmavky sa správne zohrievajú zboku mierne naklonené a nie v zvislej polohe + nutnosť miešania/pohybu so skúmavkou!

Pokiaľ zohrievame banku alebo kadičku nad plynovým kahanom, dávame pod ne sieťku s keramickou výplňou, ktorú umiestnime buď na železný kruh, alebo na trojnožku nad plameňom kahanu. Tým predídeme príliš veľkému tepelnému namáhaniu a zabezpečíme, aby zohrievanie bolo rovnomernejšie.

Zapamätajte si!

Nikdy neotáčajte ústie skúmavky pri zohrievaní smerom k sebe alebo k vedľa stojacej osobe!

2. Zohrievanie v porcelánovom tégliku

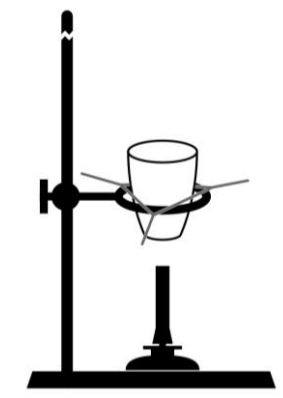
Porcelánový téglik naplníme za laboratórnej teploty látkou, ktorú budeme zohrievať, resp. žíhať najviac do polovice objemu.

Téglik umiestnime na triangel, ktorý leží v železnom kruhu a je pripevnený na stojan v takej výške, aby bol pri zohrievaní umiestnený tesne nad modrým vnútorným plameňom kahana (obr. 6.9).

Zapálime kahan, téglik zohrievame spočiatku svietivým plameňom niekoľko minút, aby sa rovnomerne zohrial.

Postupným zvyšovaním prívodu vzduchu do kahana dosiahneme nesvietivý plameň, ktorého teplotu využívame pri rozklade, resp. tavení tuhej látky.

Po skončení zohrievania ochladíme téglik najprv v svietivom plameni kahana niekoľko minút, až potom kahan vypneme.



Obr. 6.9 Zohrievanie v porcelánovom tégliku

Zapamätajte si!

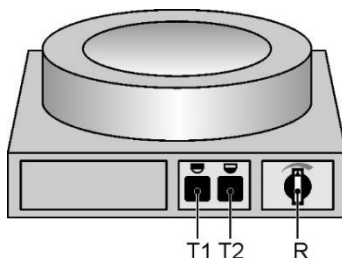
Pri práci s rozžeraveným téglikom v plameni kahana používame téglikové kliešte, ktorých špičku vždy predhrejeme v plameni. Predídeme tým prasknutiu téglika.

3. Zohrievanie na ohrevnej doske

Elektrická ohrevná doska ako súčasť elektrických varičov a magnetických miešačiek je jedným z najčastejších zdrojov tepla. Je regulovaná elektronicky alebo transformátorom. Je vhodná na dosiahnutie teplôt až 250 °C s presnosťou až ± 1 °C, pričom sa môže pri miešačkách využiť aj elektromagnetické premiešavanie ohrievaného roztoku.

4. Zohrievanie v ohrevnom hniezde

Používa sa v prípade, keď nie je možné použiť priamy plameň (kahan), napr. pri zohrievaní horľavín. Ohrevné hniezdo vyhrieva rovnomerne po celej ploche (na rozdiel od kahana) a zvyčajne má aj reguláciu teploty (obr. 6.10).



Obr. 6.10 Ohrevné hniezdo

T1 – ohrev vrchnej časti hniezda, T2 – ohrev spodnej časti hniezda, R – regulácia ohrevu

5. Zohrievanie v rôznych typoch elektrických pecí

Používa sa na žíhanie látky v tégliku (téglikové pece) alebo na väčšie množstvá látky (muffľové pece).

6. Zohrievanie v ohrevných kúpeľoch

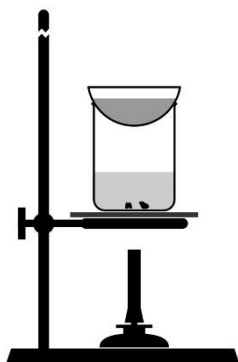
Zaraďujeme ho k nepriamym ohrevom, ktoré sú sprostredkované prenosom tepla teplonosným médiom medzi zdrojom tepla a ohrievanou látkou. Podľa náplne rozlišujeme:

Vodný kúpeľ – teplonosné médium je vodná para. Používa sa často pri zahusťovaní vodných roztokov na kryštalizáciu v porcelánových miskách. Používajú sa komerčne vyrábané vodné kúpele s elektrickým ohrevom. Často sa v laboratóriu používa zhotovenie vodného kúpeľa podľa obr. 6.11, t. j. umiestnenie misky na kadičku vhodného rozmeru s vodou tak, aby miska bola vyhrievaná parami vody zohrievanej bežným spôsobom na sieťke s keramickou výplňou.

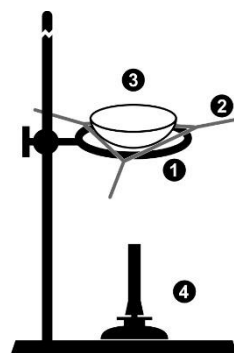
Olejový kúpeľ – teplonosným médiom je silikónový olej ohrievaný elektricky.

Vzdušný kúpeľ – realizuje sa odovzdávaním tepla sálaním prostredníctvom horúcich plynov. Zohrievaný roztok v odparovacej miske sa umiestni na triangel v dostatočnej výške podľa obr. 6.11.

Pieskový kúpeľ – teplonosným médiom je jemný piesok ohrievaný plynovým kahanom do teplôt asi 400 – 500 °C v železnej miske.



Obr. 6.11. Schéma vodného kúpeľa



Obr. 6.12. Schéma vzdušného kúpeľa
1 – kovový kruh, 2 – triangel,
3 – odparovacia miska, 4 – kahan

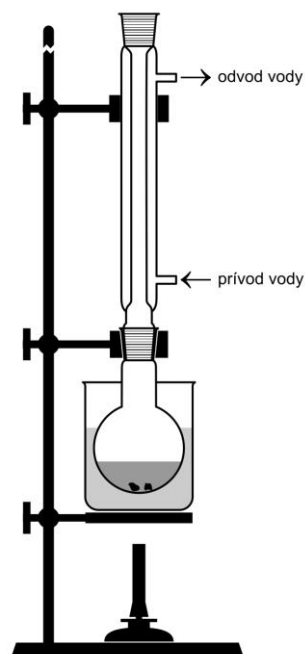
7. Zohrievanie v sušiarňi

Používa sa najčastejšie, keď potrebujeme zohriať laboratórne sklo pred kryštalizáciou alebo syntézou a na sušenie látok. Sušiareň nesmieme používať pre prchavé alebo sublimujúce jedovaté látky!

8. Zohrievanie s refluxom

Reflux je technika, ktorá sa využíva pri reakciách, ktoré vyžadujú dlhodobé dodávanie tepelnej energie (ohrev). Zohrievanie s refluxom dovoľuje zohrievanie zmesi obsahujúcej prchavé materiály bez straty rozpúšťadla. Kvapalná reakčná zmes sa nachádza vo varnej banke so zábrusom, ktorá je spojená s chladičom (najčastejšie guľôčkový spätný chladič), v dôsledku toho sa uvoľnené pary rozpúšťadla ochladzujú a kondenzujú na kvapalinu, ktorá sa vracia späť do reakčnej nádoby. Varnú banku môžeme zohrievať počas celého priebehu reakcie.

Výhodou tejto techniky je, že počas dlhodobého zohrievania nemusíme dopĺňať rozpúšťadlo, alebo sa obávať, že sa vyparí z reakčnej zmesi do sucha, pretože dochádza k okamžitej kondenzácii pár v chladiči. Treba ešte dodať, že dané rozpúšťadlo bude vriieť pri určitej konštantnej teplote, čo znamená, že aj reakcia bude prebiehať pri tejto teplote. Aparatúru zostavíme podľa obr. 6.13. Optimálne je ponoriť varnú banku do kadičky s vodou, čím sa vytvorí bariéra medzi reaktantami a zdrojom tepla. Často sa to používa ako bezpečnostné opatrenie, keď sa zohrievajú horľavé reaktanty a na ohrev sa použije plynový kahan, čím zabránime prípadnému kontaktu otvoreného ohňa s reaktantami.



Obr. 6.13 Aparatúra na zohrievanie s refluxom

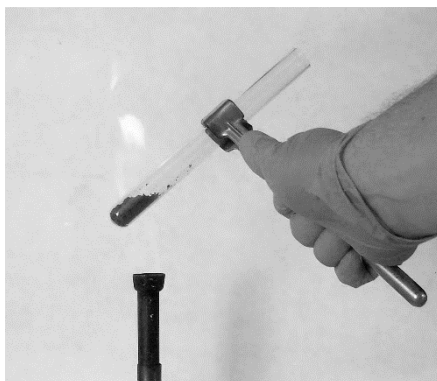
Poznámky:

- Chladiacu vodu privádzame do otvoru v spodnej časti chladiča.
- Vrchnú časť chladiča necháme otvorenú – aparatúra nemusí byť uzatvorená.

Základné pravidlá pre zohrievanie tuhých látok v skúmavkách

- Pri zohrievaní tuhých látok používame suché skúmavky.
- Na začiatku zohrievame pomaly a potom intenzívnejšie dovtedy, kým sa už nepozoruje zmena.
- Vždy používame ručný držiak (lapák) na skúmavky (obr. 6.14).
- Vždy používame ochranné okuliare.
- Vždy si prečítame v návode inštrukcie o rýchlosti zohrievania.
- Pripravíme si vopred potrebné reagenty, indikátorový papierik a pod. na dôkaz uvoľňovaných plynov.
- Skúmavku držíme vždy v mierne naklonenej polohe a jej ústie držíme smerom od seba ako aj od ostatných osôb.
- Dno skúmavky pri zohrievaní umiestnime do najhorúcejšej časti nesvietivého plameňa (obr. 3.26).

- Počas zohrievania premiestňujeme opakovane skúmavku mimo plameňa a opatrne jej obsah premiešavame z dôvodu zlepšenia distribúcie tepla.



Obr. 6.14 Zohrievanie tuhej látky v skúmavke

K operácii zohrievania patrí aj poznámka o zaobchádzaní s horúcimi nádobami. Pokiaľ má nádoba takú teplotu, že ju neudržíme v ruke, berieme ju do laboratórnych klieští alebo do pinzety. Pri vyberaní horúcich nádob, alebo predmetov zo sušiarne môžeme použiť aj látkové chňapky. Z elektrickej pece vyberáme predmety s použitím rukavíc s teflónovým povrchom. Vhodnou pomôckou sú tiež dva rozrezané ústrižky hadice nasadené na palec a ukazovák. Pri použití ústrižku látky by mohlo ľahko dôjsť v blízkosti kahana k jej zapáleniu.

Základné pravidlá pri pozorovaní správania sa tuhých látok pri zohrievaní

1. Pred zohrievaním:

- Zistíme farbu a vzhľad tuhej látky.

2. Počas zohrievania:

- Pozorujeme zmeny fyzikálneho stavu tuhej látky.
- Pri uvoľňovaní plynu sa pokúsime okrem jeho pozorovania zistiť, o aký plyn ide.
- Pozorujeme farebnú zmenu tuhej látky.
- V prípade vzniku bezfarebných kvapalín, pozorujeme prenesením kvapky na chladnejší koniec skúmavky tvorbu kryštálikov tuhej látky.
- Uistíme sa, či sme dostatočne zohrievali tuhú látku počas celej reakcie (nepozorujú sa už žiadne zmeny).

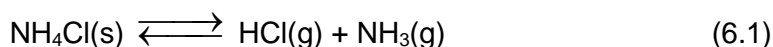
3. Po zohrievaní:

- Pozorujeme farbu a vzhľad zvyšku, keď je horúci a keď je ochladený.

Zmeny vyvolané účinkom tepla

1. Termická disociácia

Pri termickej disociácii dochádza v dôsledku zohrievania k rozpadu jednej zlúčeniny a vzniku jednej alebo dvoch jednoduchších zlúčenín. Ochladením v chladnejšej časti aparatury dochádza k rekombinácii a opätovnej tvorbe pôvodnej zlúčeniny. Termická disociácia je vratná reakcia, napr.



Keď zohrievame chlorid amónny, dochádza k jeho rozkladu za tvorby plyného chlorovodíka a amoniaku, ktoré sa rekombinujú na chladnejšom ústi skúmavky za vzniku prstenca bielych kryštálikov chloridu amónneho.

2. Sublimácia

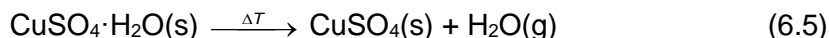
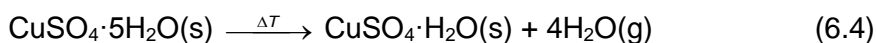
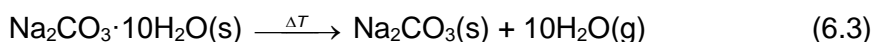
Niektoré tuhé látky pri zohrievaní prechádzajú do plyného skupenstva bez topenia na kvapalinu, t. j. bez prechodu cez kvapalné skupenstvo. Pary kondenzujú späť za tvorby tuhej látky na chladnejšom ústi skúmavky, napr.



Pri zohrievaní fialovočierne kryštáliky jódu sublimujú za tvorby fialových pár jódu. Opačný proces sa nazýva desublimácia. Pri desublimácii dochádza k prechodu látky z plynnej fázy do tuhej fázy bez kondenzácie.

3. Uvoľňovanie kryštálovej vody

V chémii sa často stretávame s kryštalohydrátmi solí, teda solí, ktoré v kryštálovej štruktúre obsahujú molekuly vody (tzv. kryštálovú vodu). Ak zohrievame takéto soli, uvoľňuje sa ich kryštálová voda a tvoria sa často bezvodé soli alebo v závislosti od teploty nižšie hydráty, napríklad



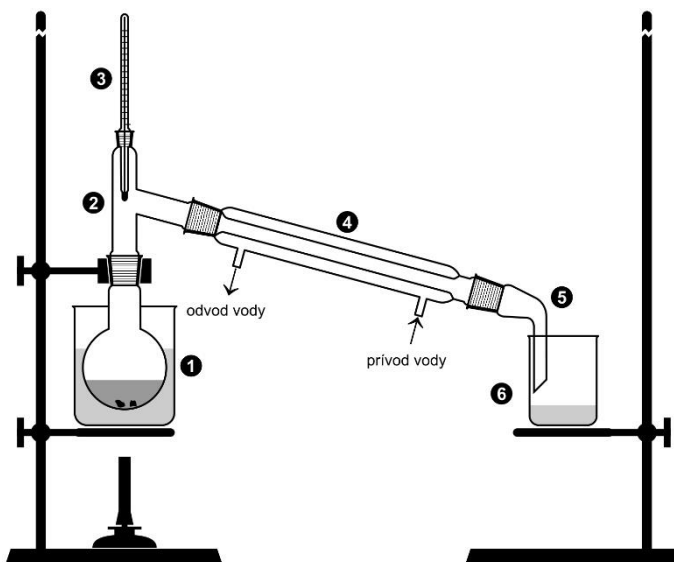
Treba poznamenať, že vznikajúca vodná para kondenzuje na chladnejšom otvorenom konci skúmavky za vzniku kvapôčok vody. Niektoré kryštalohydráty sa pri zahrievaní rozpúšťajú vo svojej kryštálovej vode, napr. pentahydrát tiosíranu sodného (kap. 9.12).

6.4 Destilácia

Destilácia je najpoužívanejšia metóda čistenia kvapalných látok, delenia kvapalných zmesí s rôznou teplotou varu alebo odstraňovania rozpúšťadiel z menej prchavých látok. Destilácia je oddeľovanie zložiek kvapalnej zmesi na základe ich

rozdielnej teploty varu. Destiláciou možno oddeliť prchavejšiu látku od menej prchavej a zároveň zistiť teplotné rozmedzie varu zmesi, tzv. teplotu varu.

Destiláciu látok možno realizovať v aparátúrach rôznej veľkosti a konštrukcie. V zásade však destilačná aparatúra pozostáva z destilačnej banky, chladiča a destilačnej predlohy na zachytávanie destilátu (obr. 6.15).



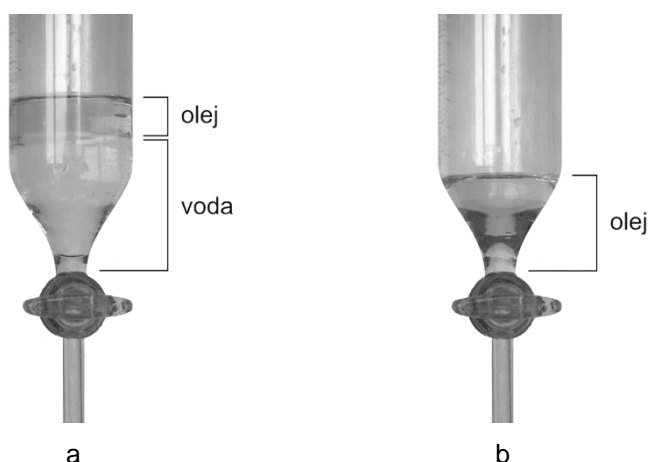
Obr. 6.15 Destilačná aparatúra

1 – destilačná banka s destilovanou zmesou vo vodnom kúpeli, 2 – destilačný nadstavec, 3 – teplomer, 4 – chladič, 5 – destilačný nadstavec (alonž), 6 – zberná nádoba na destilát

Ako **destilačná banka** sa používajú banky s guľatým dnom (varné banky). Destilačná banka má mať vhodný objem, aby ju destilovaná kvapalina zaplnila maximálne do dvoch tretín. Do banky sa k destilovanej kvapaline pridávajú **varné telieska**. Na destilačné banky sa niekedy ešte pred chladič pripájajú rôzne **nadstavce** (destilačný, Claisenov a pod.), umožňujúce pripojenie ďalších súčastí destilačnej aparatúry (teplomer, oddeľovací lievik a pod.). Na ochladenie a kondenzáciu pár destilovanej kvapaliny sa používa šikmo postavený **chladič**. Skondenzovaná a ochladená kvapalina sa odvádza z chladiča do zbernej nádoby cez niektorý z nadstavcov, z ktorých najjednoduchší je **alonž**. Na zhromažďovanie predestilovanej vytekajúcej kvapaliny z alonžu sa môžu použiť rôzne **zberné nádoby**, ktorých výber je závislý predovšetkým od vlastností a množstva destilovanej látky. Celá destilačná aparatúra sa postupne pomocou svoriek a držiakov pripevňuje na laboratórne stojany, pričom treba dbať, aby jednotlivé diely neboli mechanicky zbytočne namáhané (napr. na ohyb alebo tlak). Celková plocha, na ktorej je postavená aparatúra, sa volí tak, aby bolo možné bezpečne s jednotlivými dielmi manipulovať. Ohrev destilačnej banky sa volí podľa teploty varu destilovanej kvapaliny a jej ďalších vlastností tak, aby sa banka zohrievala rovnomerne (kap. 6.3).

6.4.1 Oddeľovanie dvoch navzájom nemiešateľných kvapalín

Pri oddeľovaní dvoch navzájom nemiešateľných kvapalín sa používa oddeľovací lievik (obr. 3.19). Príkladom takejto zmesi môže byť emulzia vody a oleja, pričom sa obe kvapaliny líšia svojou hustotou. Postup pri oddeľovaní zložiek zmesi je nasledovný: zmes nalejeme do oddeľovacieho lievika, po chvíli dôjde k rozvrstveniu navzájom sa nemiešateľných kvapalíných zložiek. V spodnej časti lievika sa nachádza ťažšia látka (s väčšou hustotou) – napr. voda, vrchnú vrstvu tvorí ľahšia látka (s menšou hustotou) – napr. olej (obr. 6.16 a). Po dokonalom rozvrstvení oboch kvapalín vypustíme cez kohútik oddeľovacieho lievika spodnú vrstvu do kadičky a následne získame vrchnú vrstvu (obr. 6.16 b).



Obr. 6.16 Oddeľovanie nemiešateľných zložiek kvapalnej zmesi
a – rozvrstvenie kvapalíných zložiek, b – vrchná vrstva po vypustení spodnej vrstvy

6.5 Chladienie

Niektoré laboratórne práce vyžadujú nižšie teploty, ako je laboratórna teplota. K takým patrí napr. kryštalizácia pri nižších teplotách (zníženie rozpustnosti látok), priebeh veľmi exotermických reakcií (odvod reakčného tepla) alebo príprava chemických zlúčenín, ktoré sú nestále pri laboratórnej teplote.

Základným chladiacim médiom je voda. Je potrebná takmer vždy, nie je totiž možné dať horúcu banku alebo kadičku rovno do ľadu, mohla by prasknúť. Pokiaľ stačí chladienie na teplotu 0 °C, používa sa zmes drveného ľadu a vody. Drvený ľad má väčší povrch, v dôsledku toho sa zvyšuje jeho chladiaci účinok (topí sa na väčšom povrchu). Ak potrebujeme ešte nižšie teploty, možno k ľadu pridať nejakú soľ, napr. chlorid sodný, chlorid vápenatý. Týmto spôsobom možno dosiahnuť aj veľmi nízke teploty (tab. 6.1). Takýto chladiaci kúpeľ sa pripraví tak, že sa vždy nasype vrstva jemne drveného ľadu, vrstva soli, ľadu, soli atď. Potom sa môže táto zmes prípadne ešte mierne preliať vodou.

V prípade, že potrebujeme dlhodobo udržiavať nízku teplotu umiestnime roztok do chladničky alebo mrazničky, kde dosiahneme teplotu okolo $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tabuľka 6.1 Zloženie niektorých chladiacich zmesí (na 100 g ľadu)

Látka	Množstvo (g)	Dosiahnuteľná teplota ($^{\circ}\text{C}$)
Na_2CO_3	20	-2
KCl	30	-11
NH_4Cl	25	-15
NaCl	33	-21,3
$\text{NaNO}_3 + \text{NH}_4\text{NO}_3$	55 + 52	-26,0
$\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NaNO}_3$	13 + 38	-31
$\text{NaNO}_3 + \text{KCNS}$	2 + 112	-34
$\text{NH}_4\text{CNS} + \text{NaNO}_3$	40 + 55	-37
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	164	-39
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	143	-54,9

6.6 Kryštalizácia

Kryštalizácia je najdôležitejšia metóda čistenia tuhých látok. Umožňuje pripraviť jednoduchými operáciami čistú kryštalickú látku z roztokov alebo tavenín. *Kryštálom* rozumíme geometrický útvar ohraničený pravidelnými plochami, ktorý má pravidelnú (periodickú) vnútornú štruktúru. Znečistená kryštalická látka sa rozpustí v optimálnom množstve zvoleného rozpúšťadla, mechanické nečistoty sa odfiltrujú a rozpustená látka sa nechá kryštalizovať. Pri kryštalizácii sa nečistoty koncentrujú v roztoku a čistá látka sa vylučuje v tuhej fáze.

Ochladzovaním nasýteného roztoku dochádza ku kryštalizácii. Čistota vykryštalizovanej látky je ovplyvnená aj veľkosťou kryštálov, ktorá je daná postupom kryštalizácie. Techniku kryštalizácie delíme podľa spôsobu získania nasýteného roztoku:

- kryštalizácia zmenou teploty;
- kryštalizácia izotermickým odparením rozpúšťadla;
- kryštalizácia zmenou zloženia rozpúšťadla.

6.6.1 Kryštalizácia zmenou teploty

Kryštalizácia zmenou teploty je jednou z metód, ktorou sa pri anorganických syntézach z roztokov získavajú tuhé produkty. Je to rýchla metóda a umožňuje získať produkt vysokej čistoty, ale na druhej strane má o niečo menšie výťažky. Kryštalizáciu možno použiť len pri látkach, ktoré sú termicky stále a majú výrazne vyššiu rozpustnosť v horúcom rozpúšťadle ako v studenom. Pri tomto type kryštalizácie použijeme nasledovný postup: nenasýtený roztok látky vo vode zahusťujeme pri zvýšenej teplote v porcelánovej alebo sklenej odparovacej miske na vodnom kúpeli (obr. 6.11).

Tento postup slúži na odstránenie nadbytočného rozpúšťadla z roztoku. Rozpúšťadlo sa pomaly odparuje a vzniká nasýtený roztok látky pri vyššej teplote. Roztok sa obyčajne považuje za dostatočne zahustený, keď sa na hladine roztoku alebo pri stenách nádoby začnú tvoriť malé kryštálky. Nie je to však pravidlo, väčšinou poslúži skôr odhad (a samozrejme tabuľky rozpustnosti). Často je lepšie testovať vznik nasýteného roztoku na kryštalizáciu tak, že sklenenou tyčinkou preniesieme kvapku roztoku na studené hodinové sklo. Ak sa pri laboratórnej teplote po chvíli vylúčia kryštály, roztok je už dostatočne zahustený. Zahustený roztok prelejeme veľmi rýchlo do kryštalizačnej misky, prikryjeme filtračným papierom, aby sme zabránili znečisteniu a necháme chladnúť na požadovanú teplotu.

Priebeh kryštalizácie

Ochladzovaním nasýteného roztoku dochádza ku kryštalizácii. Najprv sa vytvára kryštalizačné jadro a na ňom potom rastie kryštál. Rýchlosť kryštalizácie závisí od počtu vytvorených kryštalizačných jadier a od rýchlosti rastu kryštálov. V závislosti od spôsobu chladenia rozoznávame dva druhy kryštalizácie:

Rušená kryštalizácia. Pri prudkom ochladení a pri intenzívnom miešaní vznikne veľa kryštalizačných jadier a vyrastie veľký počet relatívne malých kryštálov.

Nerušená (voľná) kryštalizácia. Nerušenou kryštalizáciou sa v pokoji pri pomalom chladnutí vytvára malý počet jadier a vznikajú kryštály relatívne väčšie.

Niektoré látky kryštalizujú veľmi zle. V takýchto prípadoch je na iniciáciu kryštalizácie potrebné najprv zmes viac ochladiť a dôkladne miešať, trieť sklenenou tyčinkou steny kryštalizačnej misky alebo kadičky s roztokom (pri hladine kvapaliny). Pokiaľ tento postup nevedie k vylúčeniu kryštálov, roztok znovu zahustíme odparením rozpúšťadla a následne ochladíme alebo naočkujeme malým kryštálkom produktu.

Rušená kryštalizácia

Postup pri rušenej kryštalizácii je nasledovný: za horúca nasýtený roztok zahustíme, ak je potrebné, prefiltrujeme (pokiaľ možno čo najrýchlejšie, inak sa začnú vylučovať kryštály už pri filtrácii), ochladíme vodou (opatrne, ak máme sklenú nádobu môže pri prudkom ochladení prasknúť) a potom vodou a ľadom (prípadne chladiacou zmesou, tab. 6.1). Počas chladenia je potrebné roztok miešať – pomáha to vylučovaniu kryštálov a zabráni to stuhnutiu kryštálov v celom objeme.

Počas chladenia sa vylúčia drobné kryštáliky. Tie odfiltrujeme a ak je potrebné, premyjeme od zvyškov roztoku a od nečistôt. Pri premývaní kryštálov po kryštalizácii je potrebné nechať riadne odkvapkať kryštalizačný roztok a jeho zvyšky odstrániť premytím. Je potrebné zvážiť, akú kvapalinu a aké množstvo môžeme na premývanie použiť. Väčšinou sa premytie robí s malým množstvom rozpúšťadla použitým na kryštalizáciu. Pri premývaní musíme byť opatrní, zvlášť vtedy, ak je produkt dobre rozpustný v rozpúšťadle. S filtrátom možno opakovať celý postup (zahustiť, ochladiť a odfiltrovať produkt) alebo ďalej použiť voľnú kryštalizáciu.

Nerušená (voľná) kryštalizácia

Táto metóda sa používa, pokiaľ je potrebné z nejakého dôvodu získať väčšie kryštály alebo nie je možné použiť rušenú kryštalizáciu. Je pomerne zdĺhavá (niekedy aj mesiace), ale umožňuje získať aj značne veľké kryštály.

Používa sa aj v prípade, že látka je dobre rozpustná, ale má malý rozdiel rozpustností za horúca a za normálnej teploty. Obyčajne sa uskutočňuje tak, že sa nasýtený roztok nechá v pokoji stáť niekoľko hodín až niekoľko týždňov. Rozpúšťadlo sa ochladením veľmi pomaly odparuje a látka sa vylučuje z roztoku zvyčajne vo väčších kryštáloch. Pokiaľ bol roztok nasýtený za horúca, väčšinou sa objavia kryštály veľmi skoro (už po niekoľkých hodinách), inak zvyčajne až za niekoľko dní až týždňov. Počas kryštalizácie je potrebné nechať kryštalizačnú misku na pokojnom mieste, pokiaľ možno pri stálej teplote a prikryť roztok filtračným papierom, aby sa do neho neprášilo.

Zapamätajte si!

Roztok nie je vhodné odpariť až do sucha, môže dôjsť k znečisteniu produktu.

6.6.2 Kryštalizácia izotermickým odparením rozpúšťadla

Táto metóda je zdĺhavejšia ako predchádzajúca. Volí sa vtedy, ak sa nepodarí nájsť pre kryštalizáciu rozpúšťadlo, v ktorom je rozpustnosť látky pri vyššej a pri nižšej teplote dostatočne rozdielna. Roztok sa privedie ku kryštalizácii odparením časti rozpúšťadla. Rozpúšťadlo sa odparuje voľne na vzduchu v digestóriu alebo v exsikátore s náplňou absorbujúcou použité rozpúšťadlo. Ak pracujeme s vodnými roztokmi, vhodnou náplňou je oxid fosforečný alebo hydroxid draselný.

6.6.3 Kryštalizácia zmenou zloženia rozpúšťadla

Vylúčenie kryštálov sa niekedy dosiahne aj zmenšením rozpustnosti prídavkom tretej látky. Používa sa kvapalina dokonale miešateľná s rozpúšťadlom, v ktorej sa však kryštalizujúca látka nerozpúšťa a vylučuje sa z roztoku. V prípade mnohých anorganických látok je dobrým rozpúšťadlom voda, naopak zlým rozpúšťadlom je metanol a etanol. Kryštalizáciu látky potom iniciujeme prídavkom „zlého rozpúšťadla“ do roztoku látky v „dobrom rozpúšťadle“.

Ak pridáme zlé rozpúšťadlo naraz, vylúči sa produkt ako zle vyvinuté kryštáliky alebo prášok, ktoré často zachycujú veľké množstvo nečistôt. Vyvarujeme sa

prídavku príliš veľkého nadbytku tohto rozpúšťadla do príliš zriedeného roztoku látky, čo vedie k vyzrážaniu látky v podobe olejov a vyzrážaniu nečistôt z roztoku.

Vhodný postup na kryštalizáciu zmenou zloženia rozpúšťadla je nasledujúci: v banke pripravíme roztok látky, napr. vo vode, pri mierne zvýšenej teplote (asi 30 – 40 °C). Zloženie roztoku volíme tak, aby sme získali zloženie blízke nasýtenému roztoku pri danej teplote. Do tohto roztoku pridávame po častiach a za miešania vhodné rozpúšťadlo, až sa vytvorí jemne kryštalický produkt, ktorý odfiltrujeme, premyjeme daným rozpúšťadlom a nakoniec vysušíme na filtračnom papieri pri laboratórnej teplote.

6.6.4 Rekryštalizácia

Táto metóda sa používa na čistenie tuhých látok a pri správnom použití môže byť veľmi účinná. Vo všeobecnosti sa rekryštalizácia robí nasledujúcim postupom:

Do banky alebo kadičky primeranej veľkosti nasypeme látku a prevrstvime ju malým množstvom rozpúšťadla. Látka sa nesmie úplne rozpustiť. Pri rekryštalizácii z vody môžeme použiť kadičku, v prípade rekryštalizácie z väčšiny iných rozpúšťadiel sa používa banka so spätným chladičom. Pri rekryštalizácii postupujeme tak, že látku, ktorú treba rekryštalizovať, rozpustíme za horúca vo vhodnom rozpúšťadle a roztok prefiltrujeme, čím ho zbavíme tuhých nerozpustených nečistôt. Rozpustené nečistoty odstránime podľa možnosti chemicky, napr. vyzrážaním. Farebné prímеси (napr. organické farbivá) sa odstránia z roztoku pridaním povrchovo aktívnych látok, na ktoré sa farbivá adsorbujú. Najčastejšie sa používa aktívne uhlie, ktoré sa pridáva do horúceho roztoku, roztok sa pomieša alebo krátko povarí a uhlie sa odfiltruje. Filtrát zbavený nečistôt sa zahustí na vodnom kúpeli, potom sa preleje do kryštalizačnej misky a nechá sa vychladnúť. Po odfiltrovaní vzniknutých kryštálov a ich vysušení sa tak získa rekryštalizovaná látka.

6.6.4.1 Čistenie látok rekryštalizáciou

Úloha 1

Rekryštalizujte 5,0 g znečisteného pentahydrátu síranu meďnatého.

Postup 1 – rušená kryštalizácia

1. Zostavíme aparatúru na filtráciu pri atmosférickom tlaku (obr. 6.2) a pripravíme skladaný papierový filter (obr. 6.3).
2. Filtračný lievik dáme zohriať do sušiarne vyhriatej na teplotu 105 °C.
3. V roztieracej miske dobre rozotrieme znečistený $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a na predvažovacích váhach z neho odvážime potrebné množstvo.
4. Do kadičky odmerným valcom odmeriame vypočítaný objem destilovanej vody (a pridáme mierny nadbytok).

5. Vodu zohrejeme na teplotu vyššiu asi o 10 °C ako je teplota nasýteného roztoku, ktorý chceme pripraviť a za ustavičného miešania v nej rozpustíme znečistenú kryštalickú látku. Ešte horúci roztok prefiltrujeme cez skladaný filter vo vopred zohriatom lieviku do kryštalizačnej misky (obr. 6.5).
6. Počas chladnutia filtrátu (teplotu kontrolujeme teplomerom) zostavíme aparáturu na filtráciu pri zníženom tlaku (obr. 6.6 a 6.7).
7. Vylúčené kryštály odsajeme na Büchnerovom lieviku, v prípade potreby ešte vysušíme medzi filtračnými papiermi (odstránenie adsorbovaného roztoku na povrchu kryštálov) a rekryštalizovaný produkt vysušíme voľne na vzduchu.
8. Suchý rekryštalizovaný produkt odvážime.

Postup 2 – kryštalizácia zmenou rozpúšťadla

1. Odvážime 5,0 g pentahydrátu síranu meďnatého.
2. Dané množstvo rozpustíme v 20 cm³ vody.
3. Roztok prefiltrujeme cez skladaný filter.
4. K filtrátu pridáme za stáleho miešania 20 cm³ denaturovaného liehu.
5. Vylúčené kryštáliky prefiltrujeme na Büchnerovom lieviku za zníženého tlaku.
6. Vylúčené drobné kryštáliky vysušíme medzi filtračnými papiermi.

Postup 3 – kryštalizácia izotermickým odparením rozpúšťadla

Filtrát, ktorý získame po odfiltrovaní kryštálov podľa Postupu 1 alebo 2, nalejeme do kryštalizačnej misky, prikryjeme filtračným papierom s malými otvormi, necháme voľne kryštalizovať pri laboratórnej teplote do nasledujúceho laboratórneho cvičenia. Porovnáme veľkosť získaných kryštálov získaných rôznymi postupmi.

Úlohy a otázky

1. Oboznámte sa so základnými operáciami (príprava roztokov, zohrievanie, filtrácia, kryštalizácia) v chemickom laboratóriu.
2. Vypočítajte potrebné množstvo vody na prípravu nasýteného roztoku síranu meďnatého pri učiteľom zadanej teplote. Rozpustnosť CuSO₄ v závislosti od teploty zistíte z chemických tabuliek.
3. Modrá skalica (CuSO₄·5H₂O) obsahuje 6,5 % nečistôt. Aká hmotnosť vody v gramoch je potrebná na rozpustenie 20,0 g modrej skalice, ak chceme pripraviť jej nasýtený roztok pri teplote 20 °C? Rozpustnosť CuSO₄ pri teplote 20 °C je 16,7 g na 100 g roztoku. (52,9 g H₂O)
4. Prečo nemôžeme sušiť CuSO₄·5H₂O v sušiarňi pri teplote vyššej ako 105 °C?

Úloha 2

Kryštalizáciou získajte dusičnan sodný z roztoku dusičnanu sodného a chloridu sodného.

Postup

Rozpustíme 12,0 g chloridu sodného NaCl v 20 cm³ vody pri teplote 70 °C na nasýtený roztok. Do tohto roztoku pridávame tuhý dusičnan sodný NaNO₃ dovtedy, kým sa prestane rozpúšťať. Takto pripravený roztok zohrejme do varu, prefiltrujeme a ochladíme. Zmena rozpustnosti dusičnanu sodného v závislosti od teploty je oveľa väčšia ako chloridu sodného, takže ochladením roztoku bude prednostne kryštalizovať dusičnan sodný. Získané kryštály môžeme znova rozpustiť a roztok ochladiť. Po každom takomto kroku bude dusičnan sodný čistejší.

Úlohy a otázky

1. Porovnajme krivku rozpustnosti dusičnanu sodného a chloridu sodného vo vode.
2. Vypočítajte hmotnosť dusičnanu sodného potrebného na prípravu 20 g nasýteného roztoku pri teplote 70 °C. Rozpustnosť NaNO₃ pri teplote 70 °C je 58 g na 100 g roztoku. (12 g NaNO₃)
3. Izotermickou kryštalizáciou nasýteného roztoku pri teplote 20 °C sa získalo 30 g NaNO₃. Vypočítajte hmotnosť vody, ktorá sa z roztoku v priebehu kryštalizácie odparila. Rozpustnosť NaNO₃ pri teplote 20 °C je 88 g na 100 g H₂O. (34 g vody)

Úloha 3

Rekryštalizujte syntézou pripravený jodid ciničitý v chloroforme.

Postup

Jodid ciničitý SnI₄ sa pôsobením vody rozkladá – hydrolyzuje, preto sa musí rekryštalizácia uskutočniť v nevodnom rozpúšťadle. Dobré sa rozpúšťa v organických rozpúšťadlách (napr. chloroform, benzén, chlorid uhličitý, hexán, dietyléter). Nevýhodou organických rozpúšťadiel je ich horľavosť a ich toxicita pri vdychovaní, preto zohrievanie robíme v digestóriu.

Do úplne suchej malej varnej banky nalejeme cca 10 cm³ chloroformu, pridáme syntézou získané kryštály jodidu ciničitého (podľa postupu v kap. 9.11.1). Takto pripravený roztok zohrievame za občasného premiešania do varu vo vodnom kúpeli, resp. na ohrevnej doske. Obsah banky zohrievame maximálne 2 – 3 minúty (Pozor na odparenie rozpúšťadla, teplota varu chloroformu je 61,15 °C!). Zmes za horúca prefiltrujeme cez suchý skladaný filter do kadičky a necháme postupne vychladnúť. Vylúčené kryštáliky oddelíme od rozpúšťadla filtráciou za zníženého tlaku a vysušíme ich na vzduchu.

Počas rekryštalizácie musíme používať len suché sklo - na vysušenie skla použijeme acetón.

6.6.4.2 Využitie kryštalizácie pri syntézach

Príprava jodidu olovnatého

Jodid olovnatý PbI_2 tvorí oranžovožlté kryštály. Kryštálom jodidu olovnatého, ktoré sa vylučujú z nasýteného roztoku pri vyššej teplote po jeho ochladení sa hovorí *zlatý dážď*. Z halogenidov olovnatých je najmenej rozpustný. V 100 g vody sa pri teplote 100 °C rozpustí 0,44 g PbI_2 a pri teplote 0 °C len 0,04 g PbI_2 .



Úloha

Prípravte jodid olovnatý rušenou kryštalizáciou.

Chemikálie

- dusičnan olovnatý, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, biela kryštalická látka;
- kyselina dusičná, HNO_3 , koncentrovaná, $w(\text{HNO}_3) = 0,65$;
- jodid draselný, KI, biela kryštalická látka.

Postup

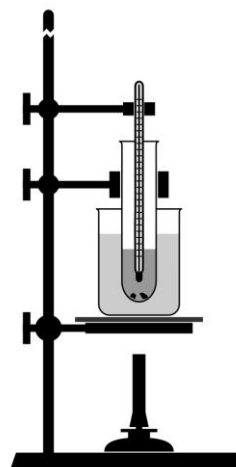
1. V kadičke rozpustíme v 100 cm³ vody 0,33 g dusičnanu olovnatého.
2. Ak sa v dôsledku hydrolyzy kationu $[\text{Pb}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ vytvorí biely zákal, pridáme niekoľko kvapiek kyseliny dusičnej, až sa zákal rozpustí.
3. V druhej kadičke rozpustíme v 100 cm³ vody 0,33 g jodidu draselného.
4. Oba roztoky zohrejeme do varu a prelejeme do Erlenmayerovej banky.
5. Banku ochladíme pod prúdom tečúcej vody a po niekoľkých minútach sa začnú vylučovať zlatisté kryštáliky jodidu olovnatého.
6. Kryštály oddelíme filtráciou za zníženého tlaku.

6.6.4.3 Rozpustnosť tuhých anorganických látok

Jednou z dôležitých vlastností látok, ktorá ich charakterizuje, je ich rozpustnosť. Látka sa v danom rozpúšťadle rozpúšťajú dovtedy, kým nevznikne nasýtený roztok pri danej teplote a tlaku, v ktorom je v dynamickej rovnováhe rozpúšťaná látka s roztokom.

Nasýtený roztok je sústava, v ktorej je v danom rozpúšťadle pri danej teplote a tlaku rozpustené maximálne možné množstvo rozpustenej látky.

Množstvo látky, vyjadrené jej hmotnosťou, ktoré sa pri danej teplote a tlaku rozpustí v určitom množstve rozpúšťadla, je konštantné a možno ho vyjadriť napr. hmotnostným zlomkom. Zloženie nasýteného roztoku pri sa nazýva rozpustnosť a udáva sa najčastejšie pre vodné roztoky, a to tabuľkovým alebo grafickým spôsobom. Graf závislosti rozpustnosti látky od teploty sa nazýva **krivka rozpustnosti látky**.



Obr. 6.17. Aparatúra na zisťovanie rozpustnosti tuhých látok

Vplyv teploty na rozpustnosť anorganických látok vo vode

Pri určovaní rozpustnosti anorganických látok vo vode vychádzame z príslušného vzťahu pre rozpustnosť podľa toho, akým spôsobom ju chceme vyjadriť. Ak máme napr. určiť rozpustnosť $s(A)$ vyjadrenú hmotnosťou bezvodnej látky A rozpustenej v 100 g jej nasýteného roztoku pri určitej teplote, postupujeme nasledovne:

- Najprv pripravíme nasýtený roztok látky A pri zadanej teplote a hneď z neho odoberieme menšie množstvo, ktoré odvážeme (hmotnosť m').
- Potom z odváženého roztoku odparíme vodu, suchý odparok ochladíme a odvážeme (hmotnosť $m(A)$).

Pri výpočte rozpustnosti vychádzame z hmotnostného zlomku $w(A)$ látky A v nasýtenom roztoku.

$$w(A) = \frac{m(A)}{m'}$$

Rozpustnosť $s(A)$ látky A vypočítame z hmotnostného zlomku.

$$s(A) = w(A) \cdot 100 \text{ g} / 100 \text{ g roztoku}$$

Určenie vplyvu teploty na rozpustnosť neznámej látky

Úloha

Zistíte vplyv teploty na rozpustnosť neznámej látky vo vode pri dvoch rôznych teplotách: 80 °C a 40 °C.

Postup

1. Zostavíme aparatúru podľa obr. 6.17.
2. Do širokej skúmavky nalejeme nasýtený roztok, ktorý sme pripravili rozpustením potrebného množstva jemne rozotretej vzorky neznámej látky v 50 cm^3 destilovanej vody.
3. Do skúmavky nasypeme ešte malý nadbytok neznámej látky tak, aby na dne skúmavky bolo vidno malé množstvo nerozpustenej látky.
4. Skúmavku vložíme do vodného kúpeľa a zohrievame dotedy, kým teplota roztoku v skúmavke nedosiahne $80 \text{ }^\circ\text{C}$ (teplotu meriame teplomerom vo vnútri skúmavky).
5. Ak sa počas zohrievania skúmaná látka rozpustila, treba pridať také množstvo, aby bolo vidno malé množstvo nerozpustenej látky.
6. Pri tejto teplote odoberieme jednu lyžičku roztoku do vopred odváženej porcelánovej misky (m_1) a zistíme hmotnosť misky s roztokom (m_2) – použijeme predvažovacie váhy.
7. Roztok v miske odparíme na vodnom kúpeli do sucha a po vychladnutí zistíme hmotnosť misky s odparkom (m_3).
8. Roztok v širokej skúmavke necháme vychladnúť na teplotu $40 \text{ }^\circ\text{C}$ a celý postup zopakujeme.
9. Hodnoty hmotností m_1 , m_2 , m_3 zapisujeme do tabuľky.
10. Zo zistených hodnôt vypočítame rozpustnosť neznámej látky v gramoch na 100 g vody.

$t / \text{ }^\circ\text{C}$	m_1 / g	m_2 / g	m_3 / g	Rozpustnosť g látky / 100 g vody
80				
40				

Na základe zistenej rozpustnosti pri teplotách $40 \text{ }^\circ\text{C}$ a $80 \text{ }^\circ\text{C}$ vyhodnotíme vplyv teploty na rozpustnosť neznámej látky.

6.7 Sušenie

Sušením rozumieme odstraňovanie malého množstva vody alebo iného rozpúšťadla z tuhých látok alebo odstraňovanie stôp vody z nevodných rozpúšťadiel a plynov.

Sušenie tuhých produktov je veľmi často poslednou činnosťou pri syntéze anorganických látok. Vlhký tuhý produkt sa najprv predsuší prúdom vzduchu na Büchnerovom alebo na fritovom lieviku a potom sa vysuší vhodnou metódou.

Vo väčšine prípadov je sušenie tuhých látok založené na voľnom odparovaní vlhkosti. To môže prebiehať pri normálnej alebo zvýšenej teplote, vo vákuu alebo pri atmosférickom tlaku. Vlhkosť a vodu možno odstraňovať buď fyzikálne –

sušením v prúde horúceho vzduchu, zohrievaním alebo chemicky vhodným dehydratačným činidlom.

K úniku adsorbovaných zvyškov vody z povrchu tuhých látok dochádza, keď tlak vodnej pary nad tuhou látkou je vyšší ako parciálny tlak vodnej pary v okolitej atmosfére. Spôsob sušenia tuhých látok závisí od povahy a tepelnej stability sušenej látky.

1. Termicky stále tuhé látky ohrejeme v sušiarňi na teplotu blízku teplote varu odstraňovaného rozpúšťadla. Pritom dochádza k vyparovaniu rozpúšťadla z pripravenej zlučiny. Do elektricky vyhrievanej sušiarne s možnosťou regulácie teploty dávame tuhú látku na miske, hodinovom skle alebo v kadičke. Filtračný papier znáša teploty len do 100 °C, pri vyšších teplotách treba použiť vhodnejšiu podložku. Účinnosť sušenia možno zvýšiť pomocou vákua. Látky sušené pri vyšších teplotách necháme vychladnúť v exsikátoroch. Bezvodé kryštalické látky sušíme najčastejšie v sušiarňi pri teplote 105 °C alebo infračervenou lampou na pracovnom stole.

2. Menej stále tuhé látky sušíme šetrnejšie pri nie príliš zvýšených teplotách vo vákuových sušiarňach. Aplikáciou vákua dochádza k zníženiu teploty varu rozpúšťadla. Zdrojom vákua môže byť vodná výveva alebo elektrická rotačná výveva. Po skončení sušenia vyrovnáme tlak v sušiarňi s atmosférickým pomaly, aby sa preparát nerozsfúkal.

3. Termicky labilné tuhé látky sušíme pri laboratórnej teplote alebo nižšej teplote v exsikátoroch s náplňami, prípadne vo vákuových exsikátoroch. Náplň exsikátora slúži na pohlcovanie pár rozpúšťadla.

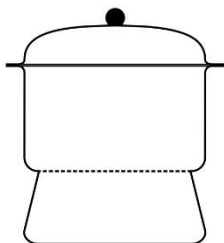
Podľa spôsobu, ako viažu vodu tuhé dehydratačné činidlá, ich môžeme rozdeliť do nasledujúcich skupín:

- látky hygroskopické, ktoré ľahko vytvárajú hydráty; patria sem najmä bezvodé soli a ich nižšie hydráty (napr. K_2CO_3 , Na_2SO_4 , KOH);
- látky odstraňujúce vodu zo zmesí tým, že s ňou chemicky reagujú (P_4O_{10} , BaO , CaO , Na , B_2O_3);
- látky pútajúce vodu fyzikálnou adsorpciou (silikagél, Al_2O_3 , niektoré polyméry).

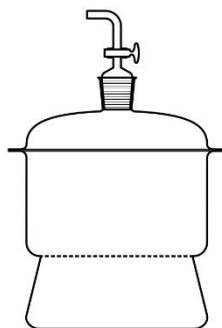
Z kvapalných dehydratačných činidiel sa často používa koncentrovaná H_2SO_4 .

Exsikátory (obr. 6.18) sú hrubostenné dvojdielne nádoby so zabrúseným vrchnákom, ktoré sa používajú na sušenie preparátov alebo na uchovávanie hygroskopických látok. Zvýšenie účinku sušenia možno dosiahnuť znížením tlaku v exsikátore. Exsikátor upravený na tento účel označujeme ako exsikátor vákuový (obr. 6.19). Spodný priestor exsikátora obsahuje náplň a býva oddelený perforovanou porcelánovou vložkou od hornej časti, kde vkladáme vzorku. Ako náplne do exsikátora sa používajú látky, ktoré udržujú v prostredí nízky tlak vodnej pary.

Bežne používanými náplňami do exsikátora pre pohlcovanie vodných pár sú napr. oxid fosforečný, chloristan horečnatý, granuly hydroxidu draselného, koncentrovaná kyselina sírová a chlorid vápenatý.



Obr. 6.18 Exsikátor



Obr. 6.19 Vákuový exsikátor

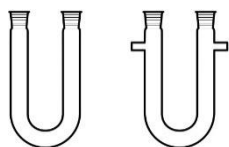
Pri manipulácii vrchnák exsikátora odsúvame najprv vodorovne na stranu a až potom ho nadvihujeme. Po vložení napr. horúceho téglika na dierovanú porcelánovú dosku je potrebné vrchnák pridržať až niekoľko minút, aby ho rozpínajúci sa vzduch ohrievaný téglikom nezhodil. Po vychladnutí téglika, kedy je v exsikátore znížený tlak vzduchu, je potrebné vyvinúť väčšiu silu na posunutie vrchnáka. **Vrchnák exsikátora nikdy nesmieme dávať zábrusovou stranou na stôl.** Táto plocha, ktorá je namazaná tukom by sa znečistila a exsikátor by už nebolo možné hermeticky uzavrieť.

Látky, ktoré sa pri zvýšenej teplote rozkladajú (napr. kryštalohydráty, z ktorých uniká voda) sa sušia **voľne na vzduchu** pri laboratórnej teplote. Sušenie možno urýchliť tak, že na kryštalický produkt pritlačíme kúsky filtračného papiera a voda sa z neho takto vysáva.

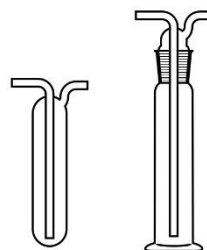
Postup používaný pri účinnom a rýchlom sušení vlhkých tuhých produktov:

- Odfiltrovaný produkt ešte na filtri premyjeme prchavou organickou látkou, ktorá ho nerozpúšťa. Vhodný je napr. etanol alebo kombinácia etanol – dietyléter.
- Tuhú látku rozprestrieme na veľkú plochu. Sypké látky prenesieme na Petriho misku z filtra poklepávaním, zvyšky filtra šetrne vytrieme sklenenou tyčinkou. Filtračný koláč z jemnej zrazeniny odfiltrovanej na filtračnom papieri vyklopíme z filtračného lievika aj s filtračným papierom na Petriho misku alebo hodinové sklo papierom nahor. Nastrihanými kúskami filtračného papiera šetrne stlačíme filtračný papier na povrchu preparátu. Potom opatrne odlúpeme filtračný papier z produktu. Zoškrabovanie produktu z filtračného papiera alebo sušenie spolu s filtračným papierom vedie k značnému znečisteniu produktu vláknami z papiera.
- Tuhú látku počas sušenia viackrát premiešame a rozotrieme väčšie kúsky.
- Zvyšky kryštalizačného roztoku z kryštálov odstránime vysušením medzi filtračnými papiermi alebo pórovitými keramickými platničkami.

V laboratórnej praxi sa stretávame aj so syntézami, pri ktorých sú reaktantami plyny, ktoré je potrebné vysušiť. Technika sušenia plynov tuhou látkou je založená na presávaní plynu cez vrstvu granulovanej tuhej sušiacej látky, ktorá je najčastejšie nasypaná v rúrkach tvaru U (obr. 6.20), alebo sa nechávajú prebublávať cez vrstvu sušiacej kvapaliny (napr. konc. H_2SO_4) v premývačkách (obr. 6.21). U-trubice plníme tak, aby hmota kládla plynu všade rovnaký odpor a aby plyn prípadne neprechádzal kanálíkmi v nej. Premývačky plníme do tretiny ich objemu.



Obr. 6.20 U-trubice



Obr. 6.21 Premývačky

6.7.1 Príprava bezvodého silikagélu

Silikagél je amorfná forma oxidu kremičitého. Je netoxický a chemicky odolný proti väčšine kyselín, je však citlivý na zásadité látky. Silikagél sa používa predovšetkým vo forme granulátu a guľôčok, čo značne zväčšuje jeho povrch a umožňuje tak lepšie viazanie vzdušnej vlhkosti. Správne pripravený silikagél môže viazať vlhkosť až do 40 % vlastnej hmotnosti. Na indikáciu nasýtenosti silikagélu sa používa roztok chloridu kobaltnatého, do ktorého sa vmieša silikagél, a tým získava typické jemne ružové sfarbenie. Po vysušení sa $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_2$ zmení na CoCl_2 , čo sa prejaví viditeľnou zmenou farby na intenzívne modrú. Modrý silikagél je vtedy pripravený na použitie. Adsorpciou vody potom postupne znova prechádza na ružové sfarbenie a je potrebné ho znovu regenerovať vysušením napr. v sušiarňi.

Chemikálie

- technický silikagél;
- hexahydrát chloridu kobaltnatého, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, červená kryštalická látka.

Postup

Do kadičky s objemom 100 cm^3 odvážíme 20 g technického silikagélu. Do ďalšej kadičky pripravíme približne 10 cm^3 4 % roztoku CoCl_2 . Tento roztok vlejeme do silikagélu a dobre premiešame. Jemne ružový preparát vysušíme medzi filtračnými papiermi a rozprestrieme na porcelánovú misku v čo najtenšej vrstve. Misku vložíme do sušiarne a nastavíme teplotu na $150 \text{ }^\circ\text{C}$. Približne každých 15 minút silikagél v miske premiešame sklenenou tyčinkou a sušíme dovtedy, kým nemá intenzívne modrú farbu (asi 1 h). Modrým silikagélom naplníme dno exsikatora alebo ho uložíme do suchej zábrusovej fľaše.