

Príprava oxidu meďnatého – Teória

Zohrievanie patrí medzi najdôležitejšie 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 porcelánu (tégliky, lodičky). Pri zohrievaní kahanom je potrebné si uvedomiť, že teplota nesvietivého plameňa nie je vo všetkých jeho častiach rovnaká.

Zapamätajte si!

Sklené predmety so silnou stenou nezohrievame v plameni kahanu, lebo ľahko praskajú!

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

Zapamätajte si!

Skúmavky sa správne zohrievajú z boku mierne naklonené a nie zospodu!

Pokiaľ zohrievame banku alebo kadičku nad plynovým kahanom, dávame pod ne sieťku s keramikou 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 neatáčajte ústie skúmavky pri zohrievaní smerom ku sebe alebo ku susedovi!

2. Zohrievanie v porcelánovom tégliku

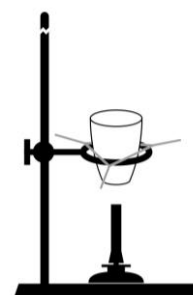
- Porcelánový téglik naplníme za laboratórnej teploty látkou, ktorú budeme tepelne spracovávať najviac do polovice objemu.
- Téglik umiestnime na triangel, ktorý leží v železnom kruhu a je pripevnený na stojan v takej výške, aby bol pri zohrievaní umiestnený tesne nad modrým vnútorným plameňom kahanu (obr. 1).
- Zapálime kahan, téglik zohrievame spočiatku svietivým plameňom niekoľko minút, aby sa rovnomerne zohrial.
- Postupným zvyšovaním prívodu vzduchu do kahanu dosiahneme nesvietivý plameň, ktorého teplotu využívame pri rozklade, resp. tavení tuhej látky.
- Po skončení zohrievania ochladíme téglik najprv v svietivom plameni kahanu niekoľko minút, až potom kahan vypneme.

Zapamätajte si!

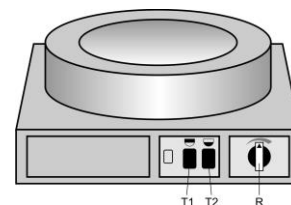
Pri práci s rozžeraveným téglikom v plameni kahanu používame téglikové kliešte, ktorých špičku vždy predhrejeme v plameni. Predídeme tým prasknutiu téglika.

3. Zohrievanie na ohrevnej doske. Elektricky ohrievaná 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 sa používa v prípade, keď nie je možné použiť priamy plameň (kahan), napr. pri zohrievaní horľavín. Ohrevné hniezdo vyhrieva rovnomerne po celej ploche (na rozdiel od kahanu) a zvyčajne má aj reguláciu teploty (obr. 2).



Obr. 1 Zohrievanie v porcelánovom tégliku

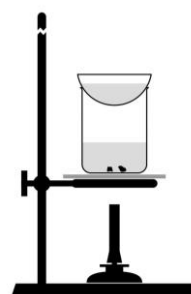


Obr. 2 Ohrevné hniezdo
T1 – ohrev vrchnej časti,
T2 – ohrev spodnej časti hniezda,
R – regulácia ohrevu

5. Zohrievanie v rôznych typoch elektrických pecí sa používajú na žihanie látky v téglíku (téglíkové pece) alebo pre väčšie množstvá (muflové pece).

6. Zohrievanie v ohrevných kúpeľoch zaraďujeme k nepriamym ohrevom, ktoré sú sprostredkované prenosom tepla teplonosným médiom medzi zdrojom tepla a ohrievanou látkou. Podľa náplne rozlišujeme:

- *vodný kúpeľ* – teplonosné médium je voda. 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. 3, t. j. umiestnenie misky na kadičku vhodného rozmeru s vodou tak, aby miska bola vyhrievaná parami vody zohrievanej bežným spôsobom na sieťke s keramikovou výplňou;
- *olejový kúpeľ* – teplonosným médiom je silikónový olej ohrievaný elektricky;
- *vzdušný kúpeľ* – realizuje sa prúdom horúceho vzduchu buď z fény alebo z teplovzdušnej pištole;
- *pieskový kúpeľ* – teplonosným médiom je jemný piesok ohrievaný plynovým kahanom do teplôt asi 400 – 500 °C v železnej miske.



Obr. 3 Zhotovenie vodného kúpeľa

7. Zohrievanie v sušiarňi sa najčastejšie používa, keď potrebujeme zohriať laboratórne sklo pred kryštalizáciou alebo syntézou. Sušiareň nesmieme používať pre prchavé alebo sublimujúce jedovaté látky!

8. Zohrievanie v mikrovlnných rúrach je rýchle zohriatie menších vzoriek do teplôt asi 100 °C s možnosťou regulácie teploty. Mnoho chemických reakcií prebieha pri mikrovlnnom ohreve lepšie, než pri použití iného spôsobu zohrievania.

Základné pravidlá pre zohrievanie tuhých látok v skúmavkách

- Pri zohrievaní tuhých látok používajte suché skúmavky.
- Na začiatku zohrievajte pomaly a potom intenzívnejšie dovedy, kým sa už nepozoruje zmena.
- Vždy používajte držiak (lapák) na skúmavky a používajte ochranné okuliare (obr. 4).
- Vždy si prečítajte inštrukcie ohľadne rýchlosti zohrievania.
- Pripravte si potrebné reagenty, indikátorový papierik a pod. na dôkaz uvoľňovaných plynov.
- Skúmavku držte vždy v mierne naklonenej polohe a jej ústie držte od seba ako aj od ostatných osôb.
- Dno skúmavky pri zohrievaní umiestnite do najhorúcejšej časti nesvietivého plameňa.
- Počas zohrievania premiestňujte opakovane skúmavku mimo plameňa a opatrne ju premiešavajte kvôli distribúcii tepla.



Obr. 4 Zohrievanie 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. Vhodnou pomôckou sú tiež dva rozrezané ústrižky hadice nasadené na palec a ukazovák. Pri použití ústrižku látky by mohlo ľahko dôjsť v blízkosti kahanu k jej zapáleniu.

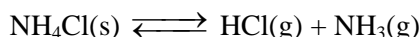
Základné pravidlá pri pozorovaní správania sa tuhých látok pri zohrievaní

1. Pred zohrievaním:
 - Zistíte farbu a textúru tuhej látky.
2. Počas zohrievania:
 - Pozorujte zmeny fyzikálneho stavu tuhej látky.
 - Pri uvoľňovaní plynu sa pokúste okrem jeho pozorovania zistiť o aký plyn ide.
 - Pozorujte farebnú zmenu tuhej látky.
 - V prípade vzniku bezfarebných kvapalín, pozorujte prenesením kvapky na chladnejší koniec skúmavky tvorbu kryštálikov tuhej látky.
 - Uistite sa, či ste dostatočne zohrievali tuhú látku počas celej reakcie (nepozorujú sa už žiadne zmeny).
3. Po zohrievaní:
 - Pozorujte farbu a textúru zvyšku, keď je horúci a keď je ochladený.

Zmeny vyvolané účinkom tepla

1. Termická disociácia

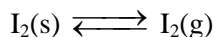
Pri termickej disociácii dochádza v dôsledku zohrievania k rozpadu jednej zlúčeniny a vzniku jednej alebo dvoch jednoduchších zlúčenín. Ochladením v chladnejšej časti aparatury dochádza k rekombinácii a opätovnej tvorbe originálnej zlúčeniny. Termická disociácia je vratná reakcia, napr.



Keď zohrievame chlorid amónny, dochádza k rozkladu a tvorbe plynného chlorovodíka a amoniaku, ktoré sa rekombinujú na chladnejšom ústí skúmavky za tvorby prstenca bielych kryštálikov chloridu amónneho.

2. Sublimácia

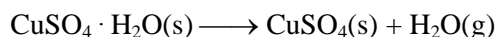
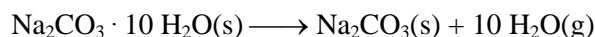
Niektoré tuhé látky pri zohrievaní prechádzajú do plynného skupenstva bez topenia na kvapalinu. Pary kondenzujú späť za tvorby tuhej látky na chladnejšom ústí skúmavky, napr.



Pri zohrievaní fialovo-čierne kryštáliky jódu sublimujú za tvorby fialových pár jódu.

3. Uvoľňovanie kryštálovej vody

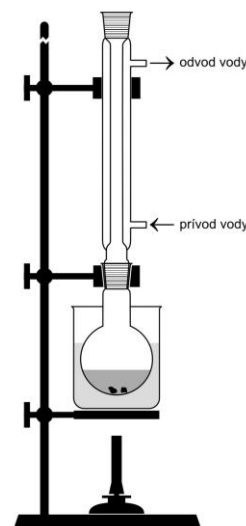
V chémii sa často stretávame s kryštalohydrátmi solí, v ktorých na každý súbor atómov daný stechiometrickým vzorcom pripadá určitý počet molekúl tzv. kryštálovej vody. Ak zohrievame takéto soli, uvoľňuje sa ich kryštálová voda a tvoria sa bezvodé soli, alebo v závislosti od teploty nižšie hydráty, napr.



Treba poznamenať, že vznikajúca vodná para kondenzuje na chladnejšom otvorenom konci skúmavky za vzniku kvapôčok vody.

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 uvoľňujúce 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 danej teplote, čo znamená, že reakcia bude prebiehať pri tej istej teplote. Aparatúru zostavíme podľa obr. 5. Optimálne je ponoriť varnú banku do kadičky s vodou, čím sa vytvorí bariéra medzi reaktantami a dodávaným teplom. 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. 5 Aparatúra na zohrievanie s refluxom

Poznámky:

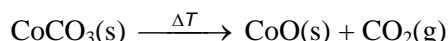
- chladiacu vodu privádzame do otvoru v spodnej časti chladiča;
- vrchnú časť chladiča necháme otvorenú – aparatúra nemusí byť uzatvorená.

Rozkladné termické reakcie

Termický rozklad je chemickou reakciou, pri ktorej v dôsledku zohrievania dochádza k zmene zloženia pôvodnej chemickej zlúčeniny. Termické rozkladné reakcie zahŕňujú roztrhnutie pôvodných chemických väzieb a vznik jednej alebo viacerých jednoduchších látok. Reakcie termického rozkladu sú endotermické a nevratné. Zlúčeniny, stále pri laboratórnych podmienkach sa môžu začať rozkladať buď vplyvom tepla alebo svetla. Ak nie je látka chemicky stála, môže byť rozklad spontánny. Veľmi často jedným z produktov rozkladnej reakcie je plyn, ktorý sa ľahko uvoľňuje.

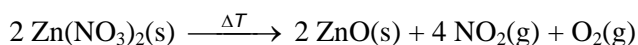
Príklad 1

Uhličitan kobaltnatý sa v dôsledku zohrievania rozkladá za vzniku oxidu kobaltnatého a oxidu uhličitého:



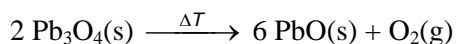
Príklad 2

Dusičnan zinočnatý sa pri zohrievaní rozkladá za vzniku oxidu zinočnatého, oxidu dusičitého a dikyslíka.



Príklad 3

Ak zohrievame práškový oxid olovnato-olovičitý, topí sa za tvorby tmavohnedej kvapaliny. Pri intenzívnejšom zohrievaní dochádza k uvoľňovaniu plynného dikyslíka. Termický rozklad je ukončený, ak vznikne žltý oxid olovnatý.



Niektoré chemické zlúčeniny obsahujú molekuly vody, ktoré sú súčasťou ich kryštálovej štruktúry. Tieto zlúčeniny sa nazývajú hydráty (kryštalohydráty) a molekuly vody sa často označujú ako hydratovaná (kryštalová) voda. Niektoré anorganické zlúčeniny tvoria viacero hydrátov, čo sa prejavuje aj v stechiometrii ich termického rozkladu. Často sa tieto molekuly vody môžu v dôsledku zohrievania uvoľňovať za vzniku nižších hydrátov alebo bezvodých foriem danej zlúčeniny.