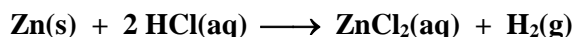


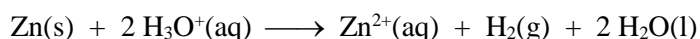
## Príprava a vlastnosti vodíka – Postup práce

Plynný vodík  $H_2$  je bezfarebný, bez zápachu, ľahší ako vzduch a málo rozpustný vo vode. Ľahko prechádza cez pórovité materiály, napr. gumové hadice. Pri bežnej teplote je málo reaktívny. Vodík s kyslíkom, ako aj so vzduchom, vytvára výbušnú zmes – pri zvýšenej teplote zreagujú za výbuchu.

V laboratóriu sa vodík zvyčajne pripravuje reakciou neušľachtilých kovov s neoxidujúcimi kyselinami. Bežne sa používa zinok, horčík alebo hliník a zriedená kyselina chlorovodíková.

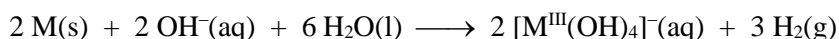
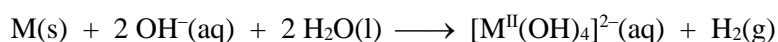


Katión  $H_3O^+$ , vznikajúci ionizáciou kyseliny, pôsobí ako oxidovadlo a zinok ako redukovadlo, čo vyplýva aj z hodnôt štandardných elektródových potenciálov oboch redoxných párov.



$$E^\ominus(\text{Zn}^{2+}|\text{Zn}) = -0,763 \text{ V} \quad E^\ominus(\text{H}_3\text{O}^+|\text{H}_2) = 0 \text{ V (presne)}$$

Vodík sa môže pripraviť aj reakciou neušľachtilého kovu s roztokom hydroxidu alkalického kovu. S hydroxidmi reagujú len tie kovy, ktoré tvoria amfotérne hydroxidy, napr. berýlium a zinok, alebo hliník a gálium.



Monovodík  $H$ , tzv. vodík v stave zrodu (*in statu nascendi*), vzniká v prvom stupni redukcie  $H^I$  neušľachtilými kovmi v roztokoch. Má výraznejšie redukčné vlastnosti ako  $H_2$ . Zvýšenú reaktivitu monovodíka je možné využiť, ak sa vyvíja priamo v reakčnej sústave.

### Úloha

Prípravte vodík reakciou zinku s kyselinou chlorovodíkovou.

### Chemikálie

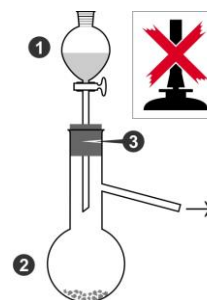
- zinok, Zn, granulovaný
- kyselina chlorovodíková, HCl, koncentrovaná,  $w(\text{HCl}) = 0,36$

### Postup

Najprv si zostavíme vyvíjač vodíka z frakčnej banky, gumovej zátky s jedným otvorom, cez ktorý prechádza stopka oddeľovacieho lievika (obr. 1). Pri príprave vodíka sa nesmie použiť poistný ventil s tlačkou!

Do frakčnej banky dáme vypočítané množstvo zinku a uzavrieme ju gumovou zátkou, do ktorej je zasunutý oddeľovací lievik. Frakčnú banku s lievikom pripevníme na stojan vhodným držiakom a pripojíme ju bočnou rúrkou k aparátúre, v ktorej sa bude pripravovaný vodík ďalej využívať. Kyselinu chlorovodíkovú zatiaľ nenalejeme do oddeľovacieho lievika – urobíme tak až po vyskúšaní tesnosti aparátúry, lebo voľný priechod cez kohútik lievika nám posluží pri zavzdušňovaní aparátúry.

Pri príprave niektorých zlúčenín je nutné použiť čistý a suchý vodík. Čistíme ho tak, že ho necháme prebublávať cez premývačku obsahujúcu koncentrovanú kyselinu sírovú. V nej sa zachytia všetky nečistoty, napr. kvapky kyseliny chlorovodíkovej z reakčného roztoku. Prebublávaním cez koncentrovanú kyselinu sírovú sa vodík zároveň zbaví vlhkosti, čím získame suchý vodík. Premývačku plníme asi do štvrtiny, aby nekládla veľký odpor prúdeniu vodíka (hydrostatický tlak). Pred a za premývačku pripojíme prázdnu premývačku, ktorá bude slúžiť ako poistná nádoba na zachytenie vody a kyseliny sírovej pri prípadných zmenách tlaku v aparátúre. Na sušenie vodíka môžeme použiť aj silikagél, molekulové sitá, chlorid vápenatý, oxid fosforečný, hydroxid sodný a iné látky, na ktoré sa viaže voda (dehydratačné činidlá).

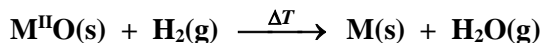
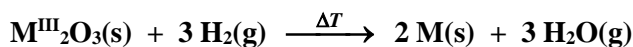


Obr. 1 Vyvíjač vodíka

- 1 – oddeľovací lievik,
- 2 – frakčná banka,
- 3 – gumová zátka

## Príprava kovov redukciou ich oxidov vodíkom – Postup práce

Redukčné vlastnosti vodíka sa využívajú na prípravu niektorých kovov redukciou ich oxidov vodíkom. Kovy, ktoré reagujú s vodíkom za vzniku hydridov, nie je možné týmto spôsobom pripraviť. Najľahšie sa redukujú tie oxidy, ktorých štandardná tvorná entalpia je menšia ako tvorná entalpia vody, tj. Sú stálejšie ako voda. Oxidy kovov reagujú s vodíkom pri zvýšenej teplote za vzniku kovu ( $M = \text{Cu, Pb, Bi, Fe, Ni, Co}$  a pod.) a vodnej pary.



Kovy pripravené týmto spôsobom sú veľmi reaktívne a ľahko sa oxidujú vzdušným kyslíkom na príslušné oxidy.

### Príprava medi, bizmutu a olova

Meď je ušľachtilý hnedočervený kov ( $E^\ominus(\text{Cu}^{2+}|\text{Cu}) = +0,337 \text{ V}$ ), ktorý je ťažný, kujný, dobrý vodič tepla a elektrického prúdu, s vyššou teplotou topenia ( $t_f = 1083 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Bizmut je ušľachtilý striebrobiely kov ( $E^\ominus(\text{Bi}^{3+}|\text{Bi}) = +0,32 \text{ V}$ ) s ružovým odtieňom, je krehký, ľahko sa láme, je ho možné rozotrieť, má nízku teplotu topenia ( $t_f = 271 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Olovo je neušľachtilý modrosivý kov ( $E^\ominus(\text{Pb}^{2+}|\text{Pb}) = -0,126 \text{ V}$ ), je kujný, mäkký a má nízku teplotu topenia ( $t_f = 327 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Bizmut a olovo sú pomerne zlými vodičmi tepla a elektrického prúdu. Meď, bizmut a olovo v kompaktnom stave sú na vzduchu stále. Oxidy uvedených kovov sa ľahko redukujú vodíkom pri teplote okolo  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Redukcia oxidov prebieha kvantitatívne v prítomnosti dostatočného nadbytku vodíka vzhľadom na jeho stechiometrické množstvo v uvedených reakciách.

### Úloha

Pripravte 1,0 g medi, olova alebo bizmutu redukciou  $\text{CuO}$ ,  $\text{PbO}$  alebo  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  s vodíkom. Pripravte 15-krát viac vodíka, ako je potrebné na redukciiu daného oxidu.

### Chemikálie

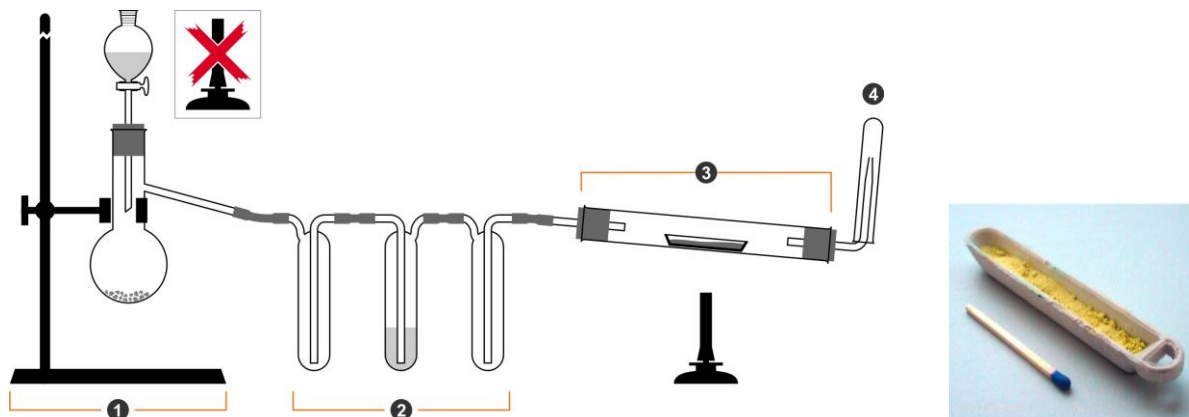
- oxid meďnatý,  $\text{CuO}$ , čierna prášková látka
- oxid olovnatý,  $\text{PbO}$ , čierna prášková látka
- oxid bizmutitý,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , bledožltá prášková látka

### Postup

Najprv si zostavíme aparáturu, pozostávajúcu z vyvíjača vodíka (obr. 1), obyčajnej premývačky s koncentrovanou kyselinou sírovou (čistenie a sušenie vodíka), dvoch poistných obyčajných premývačiek a reaktora (obr. 2). V žiadnom prípade nepoužívame zábrusové premývačky! Jednotlivé časti aparatury upevníme vhodnými držiakmi na železnú tyč, prichytenú na koncoch k dvom stojanom. Aparatúra, včítane vyvíjača plynu, musí byť dokonale tesná, aby neprepúšťala plyné a kvapalné látky. Pretože vodík difunduje cez gumové hadice, treba pri zostavovaní aparatury obmedziť na minimum styk vodíka s hadicami. Preto jednotlivé časti aparatury spájame hadicami tak, aby sa sklenené rúrky dotýkali „sklo na sklo“.

**Upozornenie:** Pri spájaní jednotlivých častí aparatury nám hrozí nebezpečenstvo úrazu! Chránime si ruky pred porezaním sklom tak, že sklenené časti uchytime do kusu látky.

Vodík pripravujeme v 15-násobnom nadbytku, lebo sa použije nielen na redukciiu oxidu, ale aj na vytiesnenie vzduchu z aparatury a na vytvorenie ochrannej atmosféry. Vypočítané množstvo zinku dáme do frakčnej banky a uzatvoríme ju gumovou zátkou s oddeľovacím lievikom. Frakčnú banku spojíme bočnou rúrkou s ďalšou časťou aparatury. Jednotlivé časti aparatury spájame krátkymi gumovými hadičkami. Reaktor tvorí trubica z ťažko tavitelného skla. Trubicu treba mierne nakloniť, aby skondenzovaná reakčná voda stekala do chladnejšej časti smerom von. Voda stekajúca na rozžeravenú časť trubice by mohla spôsobiť jej prasknutie. Podobne, počas žihania sa trubica vplyvom teploty trochu roztiahne, preto ju prichytíme do lapáku len voľne, nie „na pevno“, aby nepraskla. Do stredu trubice vložíme porcelánovú lodičku s odváženým množstvom oxidu kovu. Oxid v lodičke špachtličkou rozmiestnime rovnomerne po celej lodičke, aby sme zväčšili kontaktnú plochu s vodíkom. Nakoniec trubicu uzatvoríme gumovými zátkami, cez ktoré prechádzajú sklenené rúrky. Rúrka, ktorou sa odvádza nezreagovaný vodík, je ohnutá do pravého uhla a je ukončená kapilárou (obr. 2).



**Obr. 2** Aparatúra na redukciu oxidov kovov vodíkom

- 1 – vyvíjač vodíka (pozrite obr. 1), 2 – filter = premývačka s koncentrovanou kyselinou sírovou,  
 3 – reaktor = lodička s oxidom kovu v mierne naklonenej trubici z ťažko tavitel'ného skla,  
 4 – „detektor“ = skúmavka na zachytávanie vodíka, *fotografia* – lodička s oxidom bizmutitým

**Pozor!** Celá aparatúra musí byť dokonale tesná.

Tesnosť aparatúry vyskúšame tak, že kapiláru na konci reaktora pripojíme na obyčajnú premývačku naplnenú vodou a na ňu pripojíme vodnú vývevu. Mierny prúd vody vo výveve vytvorí slabý podtlak v aparatúre, v dôsledku čoho bude voda v premývačke prebublávaná vzduchom z aparatúry. Ak je aparatúra tesná, bublanie v premývačke po krátkom čase ustane. Deliaci lievik, v ktorom zatiaľ nie je naliata kyselina chlorovodíková, potom opatrne otvoríme, čím aparatúru zavzdušíme. Vodnú vývevu zastavíme, premývačku s vodou odpojíme a na kapiláru nasadíme skúmavku na zachytávanie vodíka (obr. 2).

Potom do uzatvoreného lievika nalejeme vypočítané množstvo kyseliny chlorovodíkovej. Vývoj vodíka usmerňujeme postupným pridávaním kyseliny z oddeľovacieho lievika do frakčnej banky so zinkom.

**Pozor!** Pretože budeme pracovať pri zvýšenej teplote, vodík nesmie obsahovať kyslík (vzduch). Kyslík z aparatúry vytesníme prúdom vodíka. Reaktor môžeme začať zohrievať až vtedy, ak sme presvedčení, že sme z aparatúry vytesnili vodíkom všetok vzduch.

O čistote vodíka, ktorý odchádza z aparatúry, sa presvedčíme nasledujúcim spôsobom: vodík zachytíme do skúmavky obrátenej hore dnom, po naplnení tesne uzatvoríme palcom, priblížime k slabému plameňu a odkryjeme jej otvor. Skúmavku musíme držať stále hore dnom! Plameňom kahanu sa čistý vodík zapáli a zhorí za slabého zvukového efektu. Spôsobí ho malé množstvo kyslíka, ktoré sa dostalo do skúmavky pri jej otvorení. Ak vodík v skúmavke obsahuje kyslík (výbušnú zmes), potom obsah skúmavky zhorí za mierneho výbuchu sprevádzaného hlasným „šteknutím“. Na začiatku skúšky môže skúmavka obsahovať vzduch s tak malým množstvom vodíka, že zmes nedosiahla hranicu výbušnosti – nenechajte sa pomýliť! V tomto prípade sa plynná zmes vôbec nezapáli. Aby sme odstránili riziko výbuchu, skúšku na (ne)prítomnosť kyslíka vo vodíku opakujeme dovtedy, kým sa nepresvedčíme, že z aparatúry odchádza čistý vodík.

Reaktor najprv opatrne zohrejeme svietivým plameňom kahanu a potom nesvietivým plameňom intenzívne zohrievame strednú časť trubice, kde je lodička s oxidom. Počas celého zohrievania pomaly prechádzame kahanom z jedného konca lodičky na druhý. Pozorne sledujeme priebeh reakcie. Reakcia je skončená, ak z reaktora neuniká vodná para a vzhľad produktov v lodičke sa už nemení. Nakoniec trubicu necháme vychladnúť v prúde vodíka. Získame práškovú meď, resp. guľôčky bizmutu a olova. Kov vyberieme z lodičky, odvážeme a uschováme v uzavretej skúmavke.

**Poznámka:** Občas sa stane, že k drsnému dnu lodičky prilnie vzniknutý kov natoľko pevne, že sa z nej nedá mechanicky všetok vybrať. Preto je rozumné odvážiť prázdnu lodičku ešte pred samotnou redukcíou oxidu a potom lodičku s pripraveným kovom po skončení pokusu. Hmotnosť vzniknutého kovu zistíme z rozdielu obidvoch hmotností. Znečistenú lodičku môžeme vyčistiť napr. pôsobením konc. kyseliny dusičnej v digestóriu.



CuO



Cu

Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Bi

### ★ *Príprava Roseovho kovu*

Do suchého a vyžihaného malého porcelánového kelímka dáme **1,0 g bizmutu, 0,8 g olova a 0,5 g cínu**. Návažky všetkých kovov treba dodržať s presnosťou na 10 mg. Kelímok zakrytý viečkom vložíme do triangu a kahanom ostro zohrievame asi 30 až 60 sekúnd. Presvedčíme sa, či sa kovy počas tejto doby roztavili, kahan odstavíme, zakrytý kelímok necháme chvíľu chladnúť, potom ho uchopíme nahriatymi kliešťami a roztavený kov vylejeme do pripravenej kadičky s vodou. V kelímku zostanú vzniknuté oxidy tavených kovov. Aby množstvo týchto oxidov nebolo príliš veľké, je potrebné v priebehu tavenia brániť prístupu vzduchu k povrchu kovu a tavenie po vzniku kvapalnej zliatiny na dne kelímka ukončiť. Kadičku s vodou a stuhnutou kvapkou zliatiny začneme zahrievať nad kahanom na keramickej sieťke. Presvedčíme sa, že zliatina sa roztopí pri teplote vody 94°C, teda skôr, ako začne voda vriieť.

### ★ *Príprava Lipowitzovho kovu*

Do suchého a vyžihaného malého porcelánového kelímka dáme **1,5 g bizmutu, 0,8 g olova, 0,4 g cínu a 0,3 g kadmia**. Návažky všetkých kovov treba dodržať s presnosťou na 10 mg. Kelímok zakrytý viečkom vložíme do triangu a kahanom ostro zohrievame asi 30 až 60 sekúnd. Presvedčíme sa, či sa kovy počas tejto doby roztavili, kahan odstavíme, zakrytý kelímok necháme chvíľu chladnúť, potom ho uchopíme nahriatymi kliešťami a roztavený kov vylejeme do pripravenej kadičky s vodou. V kelímku zostanú vzniknuté oxidy tavených kovov. Aby množstvo týchto oxidov nebolo príliš veľké, je potrebné v priebehu tavenia brániť prístupu vzduchu k povrchu kovu a tavenie po vzniku kvapalnej zliatiny na dne kelímka ukončiť. Kadičku s vodou a stuhnutou kvapkou zliatiny začneme zahrievať nad kahanom na keramickej sieťke. Zliatina sa roztopí pri teplote vody 60°C.

Zliatina	Obchodný názov	$t_f / ^\circ\text{C}$	Zliatina	Obchodný názov	$t_f / ^\circ\text{C}$
Bi <sub>74</sub> Pb <sub>7</sub> Sn	Biola 1	104 – 163	Pb <sub>57</sub> Bi <sub>8</sub> Sn	Plumbia 5	174 – 214
Bi <sub>55</sub> Pb <sub>30</sub> Sb <sub>5</sub> Sn	Biola 10	103 – 110	Pb <sub>48</sub> Sn <sub>32</sub> Bi	Plumbia 6	140 – 160
Bi <sub>58</sub> Sn	Biola 11	139	Pb <sub>78</sub> Bi <sub>12</sub> Sb	Plumbia 7	178 – 226
Bi <sub>60</sub> Pb <sub>20</sub> Sn	Biola 2	96,5 – 114	Pb <sub>78</sub> Bi <sub>16</sub> Sb	Plumbia 8	204 – 208
Bi <sub>50</sub> Pb <sub>43</sub> Cd	Biola 3	80 – 84	Bi <sub>50</sub> Sn <sub>25</sub> Pb	Roseov kov	92 – 96
Bi <sub>50</sub> Sn <sub>16</sub> Pb	Biola 4	94 – 98	Bi <sub>8</sub> Sn <sub>57</sub> Pb	Stabia 1	139 – 178
Bi <sub>50</sub> Pb <sub>28</sub> Sn	Biola 5	94,5 – 107	Pb <sub>34</sub> Bi <sub>11</sub> Sn	Stabia 2	99 – 131
Bi <sub>48</sub> Sn <sub>14</sub> Sb <sub>9</sub> Pb	Biola 7	102 – 108	Bi <sub>13</sub> Sn <sub>50</sub> Pb	Stabia 3	136 – 171
Bi <sub>40</sub> Pb <sub>30</sub> Sn	Biola 8	98 – 170	Pb <sub>45</sub> Bi <sub>10</sub> Sn	Stabia 4	97 – 169
Bi <sub>35</sub> Pb <sub>35</sub> Sn	Biola 9	104 – 123	Pb <sub>40</sub> Bi <sub>20</sub> Sn	Stabia 5	96 – 151
Pb <sub>68</sub> Sb <sub>26</sub> Sn	Columbia kov	238 – 252	Pb <sub>25</sub> Bi <sub>25</sub> Sn	Stabia 6	97 – 161
Sn <sub>73</sub> Bi <sub>1</sub> Cd <sub>1</sub> Sb	Imolit	243 – 288	Pb <sub>21</sub> Bi <sub>8</sub> Sn <sub>66</sub> Cd	Stabia 7	98 – 170
Bi <sub>55</sub> Pb <sub>32</sub> Sn	Molotov kov	96 – 98	Bi <sub>50</sub> Pb <sub>27</sub> Sn <sub>13</sub> Cd	Woodov kov 1	68 – 72
Pb <sub>80</sub> Sn <sub>10</sub> Bi	Plumbia 1	215 – 221	Bi <sub>50</sub> Pb <sub>25</sub> Sn <sub>12</sub> Cd	Woodov kov 2	60 – 64
Pb <sub>78</sub> Bi <sub>14</sub> Sn	Plumbia 2	241 – 260	Bi <sub>45</sub> Pb <sub>23</sub> Sn <sub>8</sub> In <sub>19</sub> Cd <sub>5</sub>	Zliatina 47	47
Pb <sub>73</sub> Bi <sub>23</sub> Sn <sub>3</sub> Zn	Plumbia 3	183 – 224	Bi <sub>49</sub> Pb <sub>18</sub> Sn <sub>12</sub> In <sub>21</sub>	Zliatina 58	58
Pb <sub>60</sub> Bi <sub>20</sub> Sn	Plumbia 4	148 – 193			