

Laboratorní sklo a nádobí

Laboratorní sklo patří k nejpoužívanějším materiálům v chemické laboratoři a to především pro svoji vysokou odolnost vůči většině chemických látek a dobré optické a fyzikální vlastnosti.

Borosilikátové sklo má malý součinitel tepelné roztažnosti, což se projevuje v odolnosti proti náhlým změnám teplot. Je z něho vyrobeno veškeré preparativní varné nádobí jako varné baňky a kádinky chladiče a vše, co je vystaveno intenzivnímu zahřívání.

Normální laboratorní sklo má vyšší součinitel tepelné roztažnosti a nesnáší náhlé změny teplot. Je z něho vyrobeno nádobí, které není vystavováno intenzivnímu zahřívání jako prachovnice a reagenční lahve, nálevky apod.

Podle použití dělíme sklo na:

- Varné (kádinky, baňky, chladiče)
- Technické (odm. válce, trubice, zkumavky)
- Odměrné (odměrné baňky, pipety, byrety)

Odměrné nádobí je přesně kalibrováno a používáme ho tam, kde je třeba pracovat s přesně definovaným objemem nebo přesně definovanou koncentrací. Z toho vychází další dělení odměrného nádobí.

Na dolítí jsou kalibrovány odměrné baňky a odm. zkumavky. Přesný objem je na nich vyznačen ryskou a pokud bychom měřili objem z nich vylitý, byl by o něco málo menší než-li ten, pro který jsou kalibrovány. Jsou vhodné pro přípravu roztoků o přesné koncentraci.

Na vylítí jsou kalibrovány pipety a byrety a objem kapaliny z nich vylitý je přesně ten, na který jsou kalibrovány. Jsou tedy vhodné pro přesné odměřování roztoků.

Vzhledem k tomu, že objem kapalin je závislý na teplotě, je třeba při práci s odměrným nádobím dodržovat kalibrační teplotu označenou na odměrné nádobě.

K přesnému měření různých malých objemů používáme dělené pipety a byrety (titrace).

K přesnému měření vyznačeného menšího objemu používáme nedělenou pipetu.

Odměrný válec použijeme tam, kde odměřujeme méně přesně objem a odměrnou kádinku k přibližnému měření objemu.

Pro přípravu roztoku o přesné koncentraci použijeme odměrnou baňku.

V praxi to znamená, že při titraci použijeme byretu a titrovaný roztok do titrační baňky odměříme nedělenou pipetou a nikoliv válečkem, protože v analytické práci by pak docházelo k nepřesnostem. Naopak máme-li při preparaci ke směsi přilít např. 30ml vody, stačí použít odměrný váleček a při přípravě asi 50ml roztoku cca 30% roztoku např. chloridu sodného použijeme odměrnou kádinku.

Pro seznámení se s laboratorním sklem a drobným nádobím a náradím je u laborantky k dispozici jeho seznam a popis.

Váhy a vážení

Analytické laboratorní váhy váží s přesností na 10^{-5} g maximálně do 100g. Jsou umístěny ve váhově mimo laboratoř na pevných rovných stolech.

V laboratoři jsou umístěny tzv. předvážky, které slouží k méně přesnému vážení. Váží s přesností na 0,1g od 100 do 1000g.

Kolem vah udržujeme vždy pořádek. O váhy se neopíráme ani na ně nic neodkládáme.

Základní pojmy a charakterizace chemických látek

Pro práci v chemické laboratoři je třeba mít všechny chemikálie správně označené a uložené. Každá chemikálie s níž pracujeme, ať už ji sami připravujeme či ji dostáváme k práci **musí** být patřičně označená.

Látky komerčně dodávané jsou na štítku označeny názvem, event. vzorcem a dalšími informacemi důležitými pro skladování a další zacházení (bod varu nebo tání, relativní molekulová či atomová hmotnost, čistota, množství a údaje o toxicitě – R, S věty, případně informace o rozkladu apod.).

Při fasování chemikálií pro vlastní laboratorní práci postačí, když prachovnice či reagenční láhev bude označena lihovým fixem (název a množství).

Při odevzdávání preparátu je třeba lahvičku, ve které preparát odevzdáváme označit názvem látky, jejím množstvím a základní charakterizací – bodem tání či bodem varu, pokud lze tyto hodnoty určit. A také jménem studenta. Tyto údaje ovšem již uvedeme na štítek nalepený na prachovnici či lahvičku.

Vzor štítku při odevzdávání preparátu.

ACETANILID

b.t.: 115 - 116°C

brutto: 48,9g

netto: 9.1g

Jan Novák 25.9.2006

Příprava odměrného roztoku kyseliny a stanovení jeho přesné koncentrace (titrace)

Připravte 250ml 0,5M HCl a pak stanovte její přesnou koncentraci titrací s boraxem (dekahydrát teretrahydroboritanu disodného).

Roztok kyseliny připravte do odměrné baňky, vypočtené množství kyseliny předem nechte zkontrolovat asistentovi, rovněž také předem vypočtené množství boraxu. Navážku boraxu volte tak, aby spotřeba 0,5M HCl byla přibližně polovina objemu byrety (cca 12,5 ml).

K výpočtu použijte vztahů:

$\rho = m / V$, $n = m / M$ a vztahu pro hmotnostní zlomek látky

Pro výpočet přesné koncentrace kyseliny vycházejte z rovnice:



$$n(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 2 n(\text{HCl})$$

Postup:

Nejprve si připravte cca 0,5M roztok HCl.

Na analytických vahách navažte přesně vypočtené množství boraxu, kvantitativně ho převed'te do titrační baňky a rozpust'te asi ve 100ml vody. K roztoku přikápněte několik kapek methylové červeně.

Byretu vypláchněte odměrným roztokem kyseliny a roztok vypust'te do kádinky. Pak naplňte byretu roztokem až nad rysku označující nulu a přebytečnou kyseliny vypust'te do kádinky a nastavte nulu.

Pod titrační baňku si dejte bílý papír a za neustálého míchání titrujte až do oranžového zbarvení roztoku. Zjistěte spotřebu odměrného roztoku – další kapkou kyseliny se musí zbarvit červeně.

První titraci považujte za orientační a stanovení opakujte 3x. Jako výsledek vypočtete průměrnou hodnotu.

Frakční destilace dvou kapalin

Frakční destilací rozdělíte aceton (ethanol) a toluen.
Bod varu acetonu je 56°C (ethanolu 78°C), toluenu 110°C.

Postup:

Sestavte aparaturu pro destilaci podle přiloženého obrázku, ale jako jímadlo použijte odměrný váleček.. Podle možnosti použijte buď olejovou lázeň nebo topné hnízdo.

Do 100ml destilační baňky nalijte 40ml acetonu (ethanolu) a 40ml toluenu a přidejte varný kamínek. **Před započítím zahřívání si nechte aparaturu zkontrolovat asistentem!**

Aparaturu začněte pomalu zahřívát a sledujte, kdy začne destilovat níževroucí složka. Tzv. „předek“ - destilát, který nedosahuje bodu varu níževroucí složky najímejte do připravené baňky (předlohy) a jakmile dosáhnete bodu varu níževroucí složky, jímadlo vyměňte. Totéž provádějte u výševroucí složky.

Nevydestilujte veškerou směs z destilační baňky tzv. do sucha, ale ponechte malý destilační zbytek.

Teplota varu jednotlivých složek je průměrná teplota vypočtená z hodnot, které jste pro každou složku zvlášť zjistili.

Do protokolu zakreslete aparaturu (jednoduše schematicky), zapište body varů obou složek a vypočítejte pro každou složku výtěžek destilace.

Sublimace

Sublimace nepřekrystalovaného acenilidu.

Úkolem je přesublimovat malé množství surového acenilidu, který dostanete v laboratoři. Provedete jednoduchou sublimaci za atmosférického tlaku.

Surový acenilid nasype na hodinové sklíčko nebo odpařovací misku. Misku nebo sklíčko přiklopit nálevkou vhodné velikosti (stopkou nahoru) a opatrně zahřívejte kahanem na síťce. Látky by se neměla začít tavit a černat.

Krystalky vyloučené na stěnách nálevky opatrně sešrábněte a stanovte unich bod tání na el. bodotávku. Provejte s bodem tání krystalovaného acenilidu.

Bod tání v kapiláře a na elektrickém bodotávku s mikroskopem

Stanovte bod tání acetanilidu.

Teplota tání je kritériem čistoty látky, se stoupající čistotou se bod tání zvyšuje je tzv. ostrý, látky tají v rozmezí $0,5 - 1^{\circ}\text{C}$. Jako bod tání se uvádí celý teplotní interval od zhroucení prvních krystalků až do úplného roztavení celého vzorku.

Stanovení bodu tání v kapiláře.

K stanovení bodu tání použijeme několik tenkostěnných kapilár o délce asi 5cm, na jednom konci zatavených. Do kapilár vpravte tolik rozetřené látky, aby vytvořila sloupec asi 5mm vysoký. Vzorek se v kaliláře sklepe tak, že se kapilára nechá padat z výšky asi 50cm dlouhou trubičkou na dřevěnou podložku.

Kapilára, zvenčí ovlhčená kyselinou sírovou, se adhezí přichytí k teploměru tak, aby vzorek byl umístěn v úrovni baničky se rtutí. Teploměr se pak vloží do bodotávku s kyselinou sírovou (viz. obrázek). Bodotávek uzavřeme klínovitě vyříznutou zátkou a upevníme do stojanu. Malým plamenem kahanu se začne zahřívát boční trubice bodotávku v její dolní části. Současně lupou pozorujeme chování látky a odečteme teplotu teploměru, jakmile se v kapiláře vytvoří meniskus.

Bodotávek zpočátku zahříváme rychleji, později v okolí předpokládaného bodu tání jen asi 1°C za minutu.

Stanovení bodu tání na el. bodotávku s mikroskopem

Zacházení s el. bodotávku vám předvede asistent.

Vzorek si připravíte tak, že mále množství krystalků rozetřete na porézní střepe a poté jich pár přeneste špachličkou na krycí mikroskopické sklíčko a druhým sklíčkem vzorek přiklopíte.

Takto připravená vzoreček umístíte do bodotávku a stanovíte bod tání. V mikroskopu pozorujte chování látky od počátečního zhroucení prvních krystalů až po úplné roztavení vzorku.

Oba body tání porovnejte.

Krystalizace acetanilidu

Překrystalujte z vody za použití aktivního uhlí 5g acetanilidu.

Připravte si dvě 250ml Erlenmeyerovy baňky. V jedné začněte na síťce nebo na elektrickém vařiči zahřívát vodu. Připravte si skládaný filtr.

Do prázdné Erlenmeyerovy baňky nasypete surový acetanilid, který dostanete v laboratoři, a přilijte trochu horké vody. Baňku začněte na síťce nebo na vařiči zahřívát k varu (varný kamínek !) a přilijte tolik horké vody, dokud se veškerá látka v nánce nerozpustí, získáte nasycený roztok. V baňce s horkou vodou ponechte na dně trochu vody a nechte v ní nahřát nálevku s filtrem.

Baňku s rozpuštěným acetanilidem odstavte, přidejte malé množství karborafinu a opět krátce přiveďte k varu. **Nikdy nesypte karborafin do vařícího se roztoku, nebezpečí vzkypění!** Poté směs s karborafinem zfiltrujte za horka přes skládaný filtr a přefiltrovaný roztok vložte do ledové lázně. Vyloučené krystaly odsajte na Büchnerově nálevce, filtrační koláč vymačkejte mezi listy filtračního papíru a usušte na vzduchu.

Stanovte bod tání na el. bodotávku jak u překrystalovaného tak u surového acetanilidu a oba body tání porovnejte.

Tento postup lze použít jako obecný pro krystalizaci z vody za použití karborafinu.

Stanovení hustoty pevné látky pyknometrem

Vycházíme ze vztahu:

$$\rho = m / V$$

kde m je hmotnost vzorku a V je jeho objem.

Pracovní postup:

- Na analytických vahách zvažte čistý, suchý a prázdný pyknometr i se zátkou..... m_1
- Pyknometr naplňte destilovanou vodou, uzavřete ho zátkou a kapky vody, která vytekla, osušte z vnějšku. Pak pyknometr zvažte m_2
Rozdíl $m_2 - m_1$ udává objem pyknometru V_p v cm^3
- Části vzorku velké tak, aby prošly hrdlem pyknometru, zvažte na analytických vahách m
- Do pyknometru s vodou nasypete odvážený vzorek pevné látky. Potom pyknometr uzavřete zátkou a vyteklou vodu opět otřete. Osušený pyknometr s vodou a vzorkem zvažte na analytických vahách m_3

Objem vzorku v pyknometru odpovídá objemu vody vzorkem vytlačené a zjistíme ho ze vztahu:

$$V = (m_2 - m_1) - \{ m_3 - (m_1 + m) \}$$

Hustotu měřeného vzorku pak vypočteme na základě známého vztahu objemu a hmotnosti látky uvedeného výše.

Stanovení hustoty kapalin pyknometrem

Pracovní postup:

- na analytických vahách zvažte čistý, suchý a prázdný pyknometr se zátkou m_1
- čistý, suchý pyknometr naplníme destilovanou vodou a po osušení zvažíme m_2
- čistý, suchý pyknometr naplníme měřenou kapalinou a po osušení zvažíme..... m_3

Hustotou kapaliny vypočteme ze vztahu:

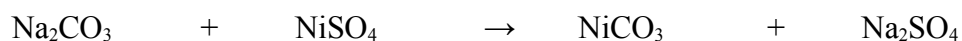
$$\rho = \frac{m}{m_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}}$$

Kde m je hmotnost měřené kapaliny ($m = m_3 - m_1$) a $m_{\text{H}_2\text{O}}$ je hmotnost vody ($m_2 - m_1$). Objem vzorku je stejný jako objem vody v pyknometru.

Čištění pyknometru

Pyknometr vyprázdněte a vypláchněte destilovanou vodou. Pokud by to nestačilo (např. měřená kapalina se nemísí s vodou nebo se jedná a jiné zbytky nečistot), používáme k vymývání saponátový roztok nebo chromsírovou směs apod. Po vyčištění vypláchněte pyknometr opět několikrát destilovanou vodou a nakonec malým množstvím ethanolu. Po vykapání nechte vysušit při zvýšené teplotě v sušárně.

Uhličitan nikelnatý (srážení)



Připravte 5g uhličitanu nikelnatého.

Před započítím práce předložte asistentovi výpočet navážek výchozích látek.

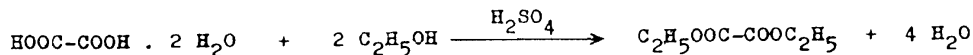
Postup:

Připravíme si 10% roztok síranu nikelnatého a zahřejeme ho téměř k varu. Za stálého míchání postupně přidáváme vypočítané množství horkého 5% roztoku uhličitanu sodného (pozor na utajený var). Asi 5 obj. % srážedla ponecháme stranou.

Sraženinou necháme usadit, do čirého roztoku nad sraženinou přidáme ještě několik kapek srážedla a pozorujeme, zda se tvoří sraženina. Roztok nad sraženinou by neměl být zelený. Po ukončení srážení sraženinu v roztoku rozmícháme a necháme stát v teplé vodní lázni asi ½ hodiny. Větší část roztoku nad sraženinou slijeme a sraženinu dekantujeme 3x teplou vodou. Sraženinou odsajeme na Büchnerově nálevce, promyjeme vodou, usušíme v sušárně při cca 80°C a zvážíme.

D I E T H Y L O X A L Á T

Diethyloxalát se připravuje esterifikací dihydrátu kyseliny šťavelové za přítomnosti kyseliny sírové.



Literatura: Thielepape E.: Ber. Dtsch. Chem. Ges. 66, B, 1457 (1933).

Chemikálie: 60 g kyseliny šťavelové
 60 ml bezvodého ethanolu
 32 ml konc. kyseliny sírové
 70 ml toluenu

P r a c o v n í p o s t u p :

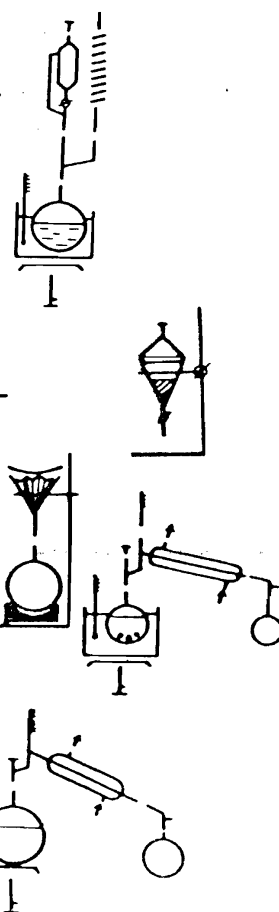
Reakce se provádí v 1000 ml baňce opatřené tvarovkou Y, příkapávací děličkou o objemu 200 ml (nasazena na centrálním zábrusu) a zpětným Dimrothovým chladičem (nasazen na postranním zábrusu). V reakční baňce se smíchá 60 ml bezvodého ethanolu, 60,0 g kyseliny šťavelové a 1 ml koncentrované kyseliny sírové. Směs se vaří asi 15 min. na vodní lázni, až se kyselina šťavelová rozpustí. Pak se ke směsi přidá 70 ml toluenu a opatrně po kapkách se přidává 31 ml konc. kyseliny sírové. Do baňky se vhodí nový varný kamínek, a směs se vaří na vodní lázni dalších 10 minut.

Reakční směs se ochladí, nalije se do děličí nálevky a spodní vodná vrstva se oddělí od toluenové vrstvy. Toluenová vrstva se přelije do Erlenmeyerovy baňky, vodná vrstva se vytřepe v děličí nálevce dvakrát, pokaždé 25 ml toluenu a oba extrakty se přidají k hlavnímu toluenovému podílu. Spojené toluenové extrakty se v děličí nálevce protřepe vodou, spodní vodná vrstva se oddělí a toluenová vrstva se přelije do suché Erlenmeyerovy baňky a vysuší se křehkým uhlíčitánem draselným (potaší). Sušidlo se poté odfiltruje přes skládaný filtr a filtrát se jímá přímo do destilační baňky. Ta se poté opatří Claisenovým sestupným chladičem a toluen se oddestiluje z olejové lázně (ne-

zapomene na varný kamínek). Poslední zbytky toluenu se destilují až při teplotě lázně okolo 150°C. Zbytek po oddestilování toluenu se v případě potřeby přelije do menší destilační baňky a destiluje se přímo ze síťky (s novým varným kamínkem). Jímá se frakce o b.v. 182-185°C.

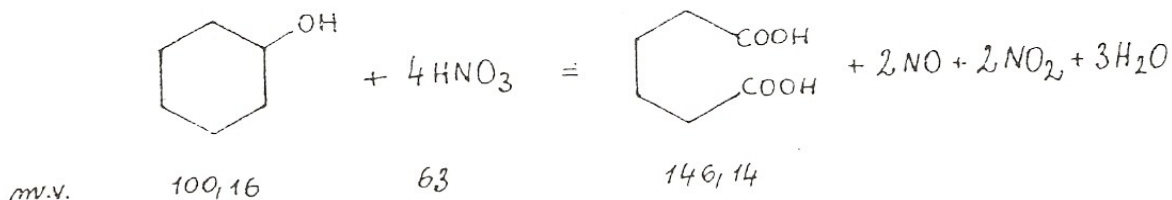
Diethyloxalát (m.h. 146,1) je bezbarvá kapalina, příjemné vůně, b.v. 184,5°C.

Časový rozvrh práce:	Příprava aparatury	0,5 h
	Provedení reakce	1,0 h
	Izolace produktu	2,0 h
	Celkem	3,5 h



PŘÍKLAD PSANÍ PROTOKOLU

Kyselina adipová



Literatura: Barta a spol.: Návodny do laboratorní z organické chemie, str. 150

Aparatura: 1000 ml varná banka, Y-kus, zpětný chladič, přikapávací nálevka

Chemikálie: cyklohexanol (50,0 g; 0,5 mol); chem. čistý kyselina dusičná (200 ml; $\rho = 1,4 \text{ g cm}^{-3}$)

1.4.90

(9:00): 200 ml konc. HNO_3 bylo zředěno 200 ml vody. Roztok byl zahříván k varu na síčce a byly k němu přidávány 2-3 kapky cyklohexanolu. Během 10 sec nastala exothermní reakce, reakční směs červená, unikají červenohnědé dymy. Kahan odstraněn a živý průběh reakce je udržován rychlostí přidávání cyklohexanolu (cca 1 kapka/sec).

(13:00): Reakční směs potom zahřívána 0,5 hod. pod refluxem a poté odpařena na porcelánové misce z vodní lázně na poloviční objem.

2.4.90: Zkvařením na teplotu míšnosti se vyložíly bílé krystaly, ty byly odsády na Büchnerově nálevce, promyty vodou, vysušeny na filtračním papíře (žlátko 49,1 g). Rekrytalizovány z vody (30 ml), získáno 47,0 g krystalů o t. 150°C. Poslední krystalizace provedena o povrchovém karbonapíru. Získáno 45,2 g krystalů o t. 152°C.

100,16 g cyklohexanolu	... 146,14 g kys. adip.
50 g	2 (= 72,75 g)