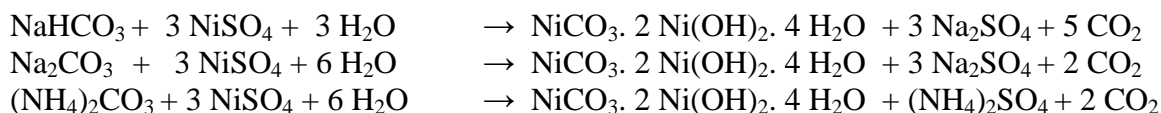


## UHLIČITAN NIKELNATÝ BAZICKÝ (SRÁŽENÍ)



Připravte 5g bazického uhličitanu nikelnatého.

### Postup:

Připravíme si 10% roztok hydrogenuhličitanu sodného (nebo jiné výchozí soli) a 5% roztok síranu nikelnatého. Oba srážecí roztoky ohřejeme (cca 60 °C) a stálého míchání postupně přidáváme roztok uhličitanu k roztoku síranu, dokud se tvoří sraženina. Srážení končíme, když roztok nad sraženinou není již zelený. Sraženinu necháme usadit v teplé vodní lázni cca ½ hodiny. Větší část roztoku nad sraženinou slijeme, sraženinu dekantujeme 1x teplou vodou, odfiltrujeme, promyjeme vodou, usušíme při 80°C a zvážíme.

Pokud není k dispozici uhličitan sodný, lze použít uhličitan draselný nebo amonný. Látku použijeme do další reakce (NiCl<sub>2</sub>), nezapomeňte vše přepočítat !!!

## PŘÍPRAVA DUSIČNANU OLOVNATÉHO

Dusičnan olovnatý se dá připravit reakcí kyseliny dusičné s olovem, oxidem olovnatým nebo uhličitanem olovnatým.

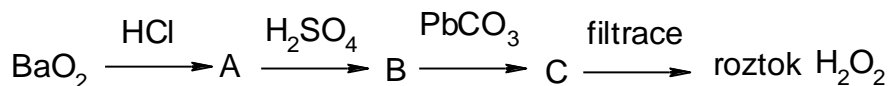


Připravte 5g dusičnanu olovnatého.

### Postup:

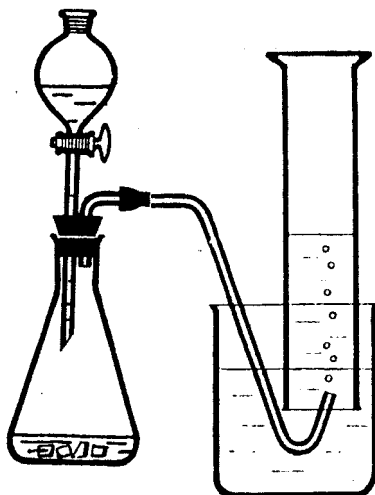
Potřebné množství olova roztepaného na tenké plíšky dejte do Erlenmayerovy nebo varné baňky a přelijte trojnásobným množstvím (oproti stechiometrii) 30% roztokem kyseliny dusičné. Baňku se směsí opatřenou zpětným chladičem zahřívejte v digestoři tak dlouho, dokud se kov nerozpustí. V případě potřeby přidejte ještě další kyselinu. Pokud se z roztoku začne vylučovat pevný dusičnan olovnatý, přilijte vodu na jeho rozpuštění. Po ukončení reakce ještě horký roztok zfiltrujte přes fritu a filtrát zahustěte ke krystalizaci. Krystaly dusičnanu olovnatého získané krystalizací oddělte filtrací a nechte sušit v sušárně při 105°C. Suchý produkt zvažte a použijte do další reakce.

## PŘÍPRAVA PEROXIDU VODÍKU A ZJIŠTĚNÍ JEHO KONCENTRACE V ROZTOKU



### Pracovní postup:

1. Odvažte peroxid barnatý tak, aby jeho hmotnost odpovídala 1/30 molu  $\text{BaO}_2$  a smíchejte ho s mírným přebytkem 10% roztoku kyseliny chlorovodíkové.
2. Ke směsi přidejte vypočtené množství roztoku kyseliny sírové o koncentraci 1 mol/l a pak po částech předem vypočtené množství pevného uhličitanu olovnatého, dokud uniká plyn.
3. Vzniklou sraženinu oddělte od roztoku filtrací za sníženého tlaku. Objem filtrátu změřte v odměrném válci.
4. Pro zjištění koncentrace peroxidu vodíku v jeho roztoku sestavte aparaturu pro vyvíjení kyslíku a jeho jímání nad vodou.
5. Na dno frakční baňky nasypete asi 1g oxidu manganičitého a z dělicí nálevky přidávejte po kapkách roztok peroxidu vodíku o známém objemu. Vznikající kyslík jímejte do odměrného válce o objemu 250 ml naplněného vodou. Po najímání dostatečného množství kyslíku (150 – 200 ml) přestaňte přikapávat peroxid vodíku, zjistěte skutečnou spotřebu roztoku peroxidu vodíku a z objemu najímaného kyslíku vypočítejte jeho hmotnostní zlomek v roztoku. Roztok peroxidu nespotebujte všechen, v přikapávací nálevce ponechte malé množství a jeho objem změřte v odměrném válečku !
6. Při výpočtu předpokládejte  $p = 101,3 \text{ kPa}$ ,  $V_m = 22,4 \text{ dm}^3$



Aparatura pro jímání plynu nad vodou

Do protokolu uveďte probíhající chemické děje a výpočty!

## SÍRAN DRASELNO-CHROMITÝ REDUKCÍ OXIDEM SIŘIČITÝM

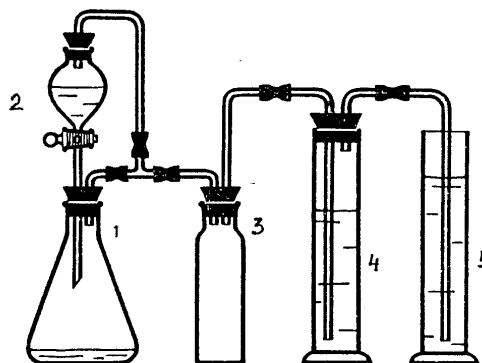


Připravte 5g síranu draselno-chromitého.

### Postup:

Vypočítané a odvážené množství dichromanu draselného rozpustíte ve vodě na nasycený roztok (při 20°C, rozpustnost zjistíte v tabulkách). Roztok okyselíte asi 3 ml koncentrované kyseliny sírové a vychladíte na běžnou laboratorní teplotu.

Sestavte aparaturu podle níže uvedeného obrázku. Do okyseleného roztoku dichromanu draselného zavádějte plynný oxid siřičitý, připravený reakcí koncentrované kyseliny sírové se suspenzí siřičitanu nebo disiřičitanu. Postup reakce, při níž teplota nesmí překročit 60°C, se projeví změnou barvy reakční směsi. Po deseti minutách sycení odeberte z reakční směsi pipetou asi 1 ml roztoku a aparaturu opět uzavřete. Odebranou směs vlijte do zkumavky s nasyceným roztokem uhličitanu sodného. Pokud neprobíhá reakce hned, tak zkumavku opatrně zahřejte. Jestliže nad vzniklou sraženinou zůstává žluté zbarvení roztoku, je třeba pokračovat v dalším zavádění oxidu siřičitého tak dlouho, dokud se dichroman nezredukuje zcela na chromitou sůl. Kamenec se z roztoku vyloučí volnou krystalizací za laboratorní teploty. Vzniklé krystaly oddělte od matečného louhu filtrací na Buchnerově nálevce za sníženého tlaku, dosušte je mezi listy filtračního papíru. Preparát uchovejte v uzavřené nádobě.



Obr.3 - Příprava kamence draselno-chromitého  
1-suspenze siřičitanu, 2-konc.kyse-  
lina sírová, 3-pojistná nádoba, 4-roztok  
dichromanu draselného, 5-voda

Roztok kyseliny siřičité nevylévejte. Nalijte ho do zásobní lahve v laboratoři a použijte k reakcím siřičitanového iontu.

## REDUKCE OXIDU MĚDNATÉHO VODÍKEM

Za vyšší teploty je vodík schopen redukovat některé oxidy kovů až na kov. Z hmotnostního úbytku látky při žhání je možné stanovit vzorec oxidu.

### Postup:

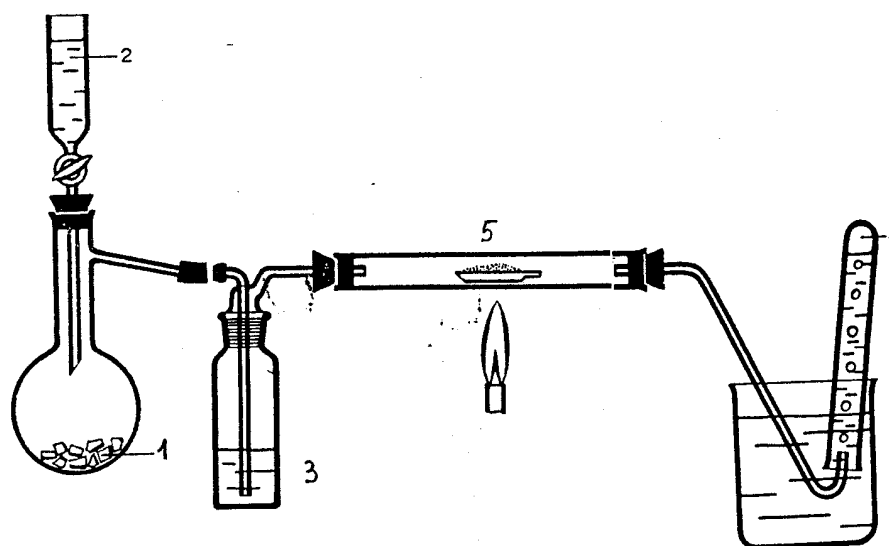
Nejprve vyžehněte v plameni kahanu porcelánovou lodičku a nechte ji vychladnout v exsikátoru. Potom ji zvažte. Do zvažené lodičky dejte tolik práškového oxidu měďnatého, aby pokrýval dno a lodičku s látkou opět co nejpřesněji zvažte.

Lodičku s oxidem vložte do těžkotavitelné trubice. Trubicí připojte z jedné strany ke zdroji vodíku, z druhé strany ji uzavřete zátkou, kterou prochází zahnutá skleněná trubička k zavádění plynu pod hladinu vody – podle níže uvedeného obrázku.

Vodík připravujte reakcí granulovaného zinku se zředěnou 20% kyselinou chlorovodíkovou ve vyjícím přístroji (frakční baňka s nálevkou) a vysušte ho probubláváním koncentrovanou kyselinou sírovou v promývače.

Vodík procházející aparaturou zavádějte do zkumavky naplněné vodou. Po naplnění zkumavky plynem uzavřete ústí zkumavky palcem, zkumavku přiblížte k plameni kahanu k provedení **zkoušky na výbušnost plynu** (plyn musí shořet klidně bez výbuchu, aby bylo možno pracovat dále). Teprve po schválení výsledku zkoušky, začnete zahřívát trubicí v místech, kde je porcelánová lodička s oxidem. Zahřívání trubice ukončete tehdy, když veškerá pevná látka v lodičce změnila barvu. Nechte aparaturu vychladnout v proudu vodíku a teprve potom ji rozeberte. Lodičku co nejpřesněji zvažte. Z úbytku hmotnosti látky vypočítejte obsah kovu a kyslíku v oxidu a z těchto údajů stanovte jeho sumární vzorec.

Sestavte reakční rovnici.



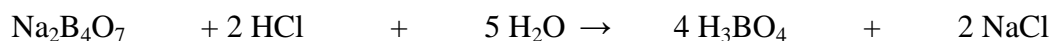
Obr. 1 – Redukce oxidu kovu vodíkem

- 1-zinek, 2-kyselina chlorovodíková,  
3-konc.kyselina sírová, 4-vodík,  
5-oxid měďnatý

## HYDROLÝZA SKLA

V třecí misce rozetřete na prášek asi 5 cm skleněné trubice či jiného skla (sodno–vápenaté sklo). Prášek nasypete do kádinky s 25 ml destilované vody a směs zahřejte k varu. Po ochladnutí přikápněte univerzální indikátor. Jaké pH má roztok? Napište příslušnou rovnici.

## PŘÍPRAVA KYSELINY TRIHYDROGENBORITÉ



Připravte 5g kyseliny trihydrogenborité.

### Postup:

Potřebné množství boraxu rozpustíte v horké vodě (asi 70°C) na nasycený roztok a do horkého roztoku přilijete asi o třetinu více 32% kyseliny chlorovodíkové než vyžaduje stechiometrie. Ochlazením v ledové lázni se vyloučí destičkové krystalky kyseliny trihydrogenborité. Odfiltrujte je, na filtru propláchněte malým množstvím ledové vody a po vysušení na vzduchu zvažte.

## MOHROVA SŮL



Hexahydrát síranu amonno-železnatého (Mohrova sůl) se připravuje volnou krystalizací ekvivalentních množství nasycených roztoků síranu amonného a železnatého. Využívá se faktu, že rozpustnost podvojně soli je nižší než rozpustnost obou výchozích látek.

### Pracovní postup:

Vypočtené množství uhličitanu amonného nechte reagovat s mírným přebytkem 20% kyseliny sírové. Do připraveného roztoku vsypte vypočítané množství jemně rozetřeného heptahydrátu síranu železnatého a přidejte takový objem vody, aby vznikl nasycený roztok podvojně soli při 60°C. V případě potřeby roztok přefiltrujte, přelijte do krystalizační misky a nechte volně krystalizovat. Vyloučené krystaly oddělte od matečného louhu filtrací. Zbytek matečného louhu zahustěte ke krystalizaci na vodní lázni a zpracujte obdobně jako první podíl. Krystaly Mohrovy soli vysušte mezi listy filtračního papíru, zvažte a odevzdejte.

## 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  $\text{cm}^3$
- 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 zvážíme .....  $m_2$
- čistý, suchý pyknometr naplníme měřenou kapalinou a po osušení zvážíme.....  $m_3$

Hustotou kapaliny vypočteme ze vztahu:

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

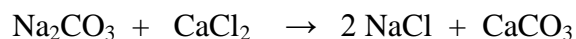
Kde  $m$  je hmotnost měřené kapaliny (  $m = m_3 - m_1$  ) a  $m_{\text{H}_2\text{O}}$  je hmotnost vody (  $m_2 - m_1$  ). Objem vzorku je stejný jako objem vody v pyknometru.

### 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.

## Příprava uhličitanu vápenatého konverzí iontů

Připravte 5g uhličitanu vápenatého podle rovnice:

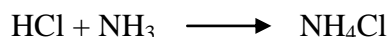


### Postup:

Před započítím práce předložte asistentovi výpočet navážek výchozích látek.

Vypočtené množství uhličitanu sodného se rozpustí za laboratorní teploty ve 120ml vody. Paralelně se v 300ml kádince připraví roztok vypočteného množství chloridu vápenatého ve 150ml vody a zahřeje se téměř k varu. Nyní se za stálého míchání začne přidávat v několika sekundových intervalech roztok uhličitanu sodného. Celé přidávání by nemělo přesáhnout 3 minuty. Suspenze se nechá ochladit asi na 40°C a filtruje se na skládaném filtru v nálevce nebo na Büchnerově nálevce za sníženého tlaku. Filtrační koláč se promyje stříčkou a vymačká mezi listy filtračního papíru. Suší se na hodinovém skle v sušárně. Po zvážení produktu se vypočte výtěžek preparace.

## PŘÍPRAVA CHLORIDU AMONNÉHO



Připravte 10g chloridu amonného.

Připravíme 10% roztok kyseliny chlorovodíkové a 10% roztok amoniaku. Roztok kyseliny v kádince za stálého míchání neutralizujeme postupným přidáváním roztoku amoniaku, amoniakálního roztoku dáme malá přebytek (cca 2 cm<sup>3</sup>), aby byl výsledný získaný roztok alkalický. Reakční směs přelijeme na krystalizační misku a zahustíme ke krystalizaci, pH roztoku musí být po odpařování vody kyselé. Zahuštěný roztok ochladíme a vyloučené krystaly odsajeme a překrystalujeme z vody.

## PŘÍPRAVA PENTAHYDRÁTU SÍRANU MĚĎNATÉHO



10g měděných plíšků zohýbáme a nasypeme do Erlenmayerovy baňky. Přidáme k nim 40 ml vody a pomalu 10 ml koncentrované kyseliny sírové (nebo 50 ml 30% kyseliny sírové) a 10 ml koncentrované kyseliny dusičné. Směs zahříváme k mírnému varu pod zpětným chladičem až do úplného rozpuštění mědi. Pokud se měď zcela nerozpustí, je možné přidat ještě 1 – 2 ml koncentrované kyseliny dusičné. Jestliže během reakce dojde k vylučování pevného síranu měďnatého, přilijeme vodu na jeho rozpuštění. Po ukončení reakce horký roztok zfiltrujeme přes fritu, na odpařovací misce ho zahustíme ke krystalizaci a ochladíme. Při chlazení je třeba roztok míchat, aby nezuhl v celém svém objemu. Vyloučený síran odsajeme na fritě, promyjeme malým množstvím ledové vody (pozor, ať ho nerozpustíte) a pak etanolem. Vysušíme při laboratorní teplotě.

Vypočítejte předpokládané množství pentahydrátu síranu měďnatého, který má vzniknout z 10g mědi a vypočtete výtěžek.

## JAK MÁ VYPADAT ŠTÍTEK PŘI ODEVZDÁVÁNÍ PREPARÁTU

Každý preparát (kapalný i pevný) musíte odevzdat. I meziprodukt, než jej použijete do další reakce. Pevné preparáty odevzdáváme v prachovnicích, kapaliny v reagenčních lahvičkách. Lahvičky i prachovnice zvážíme prázdné a suché i s víčkem a jejich hmotnost uvedeme na štítku.

Např.:

$\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$   
Helena Nováková  
Ta: 50,6g  
Netto: 12,3g (65%)