

Základy práce v laboratoři

O chemikáliích

Chemikálie jsou čisté sloučeniny určené k laboratornímu nebo technickému použití. Podle určení lze koupit chemikálie v různé čistotě. Surové (sur., crudum) chemikálie se dodávají ve stavu, v jakém byly vytěženy nebo vyrobeny. Technickou čistotu (techn., technecium) mají tovární suroviny dodávané v pytlích a barelech a různé drogistické přípravky, jako jsou odrezovače, rozpouštědla a další. Takové chemikálie obsahují různá znečištění, která zabraňují jejich speciálnímu použití. Technické kyseliny například obsahují těžké kovy, které ruší analytická stanovení. K málo čistým chemikáliím patří také chemikálie čištěné (purum) na rozdíl od čistých chemikálií (č., purissimum). Ty se hodí k běžnému použití v laboratoři a např. k restaurátorským účelům. Této české normě čistoty přibližně odpovídá označení for synthesis. Čistota označovaná p.a. nebo for analysis, pro analýzu je určena k analytickému použití a takové chemikálie jsou pro použití k syntézám někdy zbytečně drahé. Ještě vyšší stupeň čistoty mají různé speciální chemikálie (chemicky čisté, purissimum speciale). Například rozpouštědla označená pro UV jsou čištěna zvláště od prachových částic. Čistota zvláště čistých chemikálií se udává v ppm (počet částic nečistoty na milion částic). Cena takovýchto chemikálií stoupá exponenciálně s čistotou.

Aby chemikálie zůstaly čisté je třeba zachovávat tato opatření:

Z lahve nabírat jen čistou lžičkou, která není znečištěna jinými látkami.

Již odsypané nebo odlité chemikálie nevracet do původní lahve.

Lahve dobře uzavírat, skladovat je pokud možno v chladu a temnu, rozhodně ne na přímém slunci. Řada látek se totiž vlivem světla a tepla rozkládá, zvláště jsou-li v roztoku.

Hygroskopické látky jako absolutní alkohol, různé soli a koncentrované kyseliny a silné hydroxidy pohlcují z ovzduší vlhkost, roztoky se zředí a krystaly se roztékají v pohlcené vodě.

Ve vlhku se soli slabých kyselin nebo slabých zásad rozkládají hydrolýzou, příkladem jsou amonné soli.

Všechny hydroxidy pohlcují z ovzduší oxid uhličitý a mění se na uhličitany a jejich zásaditost se zmírňuje, je proto třeba je dobře uzavírat.

Amoniak, kyselina chlorovodíková a fluorovodíková se zředí třepáním plynu z roztoku a je-li láhev amoniaku umístěna v blízkosti lahve kyseliny chlorovodíkové, okolí se povléká bílým povlakem chloridu amonného.

Podobné povlaky vytvářejí sublimující látky, které se jako např. jód dostanou i z nejlépe uzavřené lahve.

Peroxid vodíku je třeba skladovat v temnu a chladnu, jinak se rozkládá a to tím rychleji, čím je zředěnější. Po několika letech může láhev obsahovat již jen vodu.

Zalévací hmoty jako Dentacryl, které obsahují oxidační katalyzátory polymerace, na světle polymerují a tuhnou.

Étherické oleje a triglyceridové oleje na světle hnědnou a houstnou oxidací.

Chemikálie se dodávají v různé formě vyznačené na štítku: krystalické (crystalicum), bezvodé (anhydricum), práškové (pulveratum), granulované (in granulis), vysušené, šupinové, v tyčinkách, v kusech, kapalné (liquidum).

Chemikálie se v malém množství uchovávají v dílně nebo v laboratoři v dobře uzavřených skleněných nebo plastických lahvích, ve větším množství v odvětrávaném skladu. Ve skleněných obalech nelze uchovávat kyselinu fluorovodíkovou ani fluoridy, v polyethylenových obalech nelze

uchovávat uhlovodíková rozpouštědla, např. benzen a toluen. I při nejlepším uzavření páry chemikálií a zvláště rozpouštědel unikají do ovzduší a vytvářejí známý laboratorní pach. Je proto zcela nevhodné v takových místnostech bydlet nebo dokonce spát. Při práci s chemikáliemi není třeba přehnaných obav, ale je nutno vědět, které látky jsou nebezpečné a podle toho s nimi zacházet.

Jedy

Zvláště nebezpečné jedy jsou vyjmenovány v Nařízení vlády o jedech 192/1988 Sb., 57 a 56/1967 a může s nimi přímo zacházet jen absolvent vysoké nebo střední školy, pokud vykonal komisionální zkoušku odborné způsobilosti pro práci s jedy (vysokoškolská zkouška z toxikologie nebo jiná forma zkoušky). Zvláště nebezpečné jedy a ostatní jedy musejí být uzamčeny v označené skříňce v uzamykatelné místnosti a je třeba vést jejich evidenci s touto strukturou záznamu: č. záznamu, datum, příjem - výdej, zásoba po příjmu - výdeji, jméno přejímající osoby, účel výdeje. V restaurátorské praxi je možno se setkat s těmito jedy:

Tab. Zvláště nebezpečné jedy

Zvláště nebezpečné jedy (smrtná dávka 0.01-01g)			
acetonitril	oxid arsenitý	kyanidy	methanol
Ostatní jedy			
acetonitril	dichlorethan	organocíničitany	sloučeniny lithia
akrylonitril	dusitany	oxid uhelnatý	
allylalkohol	ethylenglykol	oxid chromový	sloučeniny baria
anilin a jeho deriváty	fluorokřemičitany	pentachlorfenol	tetrachlormethan
benzidin	jodičnany	propylenglykol	nitrobenzen
chromany	kys. thioglykolová	sloučeniny olova	Lindan
dichlorbenzen	kys. šťavelová	sloučeniny rtuti	sloučeniny uranu
Škodlivé látky (povolená koncentrace par v mgm^{-3})			
amoniak 3	amylalkohol 100	diacetonalkohol 200	propylacetát 400
pyridin 5	butylalkohol 100	methylacetát 200	diethylether 500
benzen 10	ethylformiát 100	toluen 200	isopropanol 500
sirovodík 10	hexan 100	solventní nafta 200	methylenchlorid 500
tetrachlormethan 10	methylchlorid 100	xylen 200	aceton 800
fenol 20	terpentýn 100	tetrachlorethylen 250	ethanol 1000
oxid siřičitý 10	amylacetát 200	trichlorethylen 250	benzin tech. 500
dimethylformamid 30	cyklohexanol 200	butylacetát 400	oxid uhelnatý 30
chloroform 50	cyklohexanon 200	ethylacetát 400	dimethylsulfoxid
butylamin 5	sirouhlík 10		

Škody na zdraví mohou způsobit nejen látky vysloveně jedovaté, ale i jiné chemické látky požití či vdechnuté ve velkém množství nebo kombinace sloučenin jinak neškodných. Průběh otravy je závislý na fyzickém stavu, únavě a zesiluje jej požití alkoholu. Vliv škodlivých látek se může kombinovat s některými léky. Některé druhy jedů nepůsobí přímo otravy, ale spolupůsobí na vzniku různých onemocnění. Patří k nim karcinogeny (rakovinotvorné sloučeniny) a teratogeny

(sloučeniny způsobují poškození lidského plodu) a alergeny (způsobující alergie). Aktualizovaný seznam těchto látek vydává např. firma Merck (Merck-index). Mezi teratogeny patří např. benzen, toluen, chlorovaná rozpouštědla, sloučeniny rtuti, organokovové přípravky proti plísním a houbám, insekticidy a jiné.

Zásadně je nevhodné jíst, pít a kouřit při práci se škodlivými látkami a chemikáliemi vůbec. Chemické nádoby nelze používat na potraviny a je nebezpečné plnit rozpouštědla do lahví od nápojů, protože snadno dojde k záměně. Lednice k uchovávání chemikálií není použitelná pro potraviny a to ani po delší době. Totéž platí o laboratorních sušárnách, autoklávech a sterilizátorech.

Všechny láhve s chemikáliemi musejí být dobře uzavřeny a opatřeny označením. Není-li jisté, co v láhvi je, je nejlepší ji zlikvidovat.

Chemikálie a zvláště rozpouštědla nemohou být skladována v obytných místnostech, neboť se vypařují i přes důkladné uzavření. Takovýto stálý mírný kontakt je nebezpečný pro vyvolání alergické reakce a u látek, které se v organismu strádají (hlavně těžké kovy).

Doporučuje se vyhnout se zbytečnému kontaktu s rozpouštědly a roztoky i relativně neškodnými (např. umývání rukou ředidlem). Při přelévání je dobře používat nálevku a přidává-li se kyselina nebo zásada do směsi, leje s vždycky po tyčince, aby nevystříkla. Rozpouštědla a leptavé látky se zásadně nepipetují ústy, ale s pomocí balónku nebo injekční stříkačkou. Při očichávání neznámé látky se nos nepřibližuje přímo k uzávěru, ale rukou se rozvíří vzduch, aby bylo zápach cítit v okolí.

Z důvodů bezpečnosti je v laboratoři třeba užívat speciální laboratorní výlevky. Jsou kameninové a jsou opatřeny sifonovým uzávěrem se zvonem, který je přikryt dnem s otvory. Zvon zabraňuje ucpání výlevky a úniku jedovatých par. Při vylévání chemikálií je nutno vylévanou látku ředit proudem vody. Nikdy do výlevky nevyléváme hořlaviny, které jsou lehčí než voda a nemísí se s ní. Plavou na vodě a jejich výpary mohou se vzduchem vytvořit výbušnou směs, jejíž vznícení bývá příčinou vážných nehod v laboratoři.

Všechny tyto zásady by měly přejít do automatického užívání a měly by se dodržovat i při práci s chemikáliemi relativně neškodnými. Nedojde pak k náhodným chybám u látek skutečně nebezpečných nehledě na to, že názory na jedovatost chemických přípravků se časem mění. Při práci se škodlivými látkami není nutná přehnaná úzkostlivost, ale stálá pozornost.

Otrava rozpouštědly, která patří mezi škodlivé látky nebo jedy, vzniká nadýcháním, sorpcí kůží nebo požitím a projevuje se žaludeční nevolností a zvracením, bolestmi hlavy, případně ztrátou rovnováhy a změněným viděním, hučením v uších a svalovou slabostí. Při požití se podávají nejčastěji absorpční materiály k inaktivaci látky: suspenze bentonitu nebo infusoriové hlinky (0.5l 5% suspenze), živočišné uhlí a parafinový olej nebo gastrogel či vaječný bílek. Při nadýchání je postiženého třeba vyvést na čerstvý vzduch a část detoxikace proběhne intenzivním dýcháním. Při sorpci kůží se postižené místo omyje vlažnou vodou a mýdlem. Je třeba upozornit, že organická rozpouštědla obsahuje řada komerčních přípravků jako jsou lepidla, laky, čisticí prostředky a ředidla.

Při práci v prostředí s koncentrací par do uvedené hodnoty gcm^{-3} by nemělo docházet k poškození zdraví. Při práci s rozpouštědly je třeba dobře větrat, pracovat pokud možno při nízké teplotě, aby se snížila tenze par, a vyvarovat se kontaktu s kůží. Nejlépe je pracovat s tampónem na tyčince a je-li nutný kontakt rukou, používají se rukavice odolné vůči rozpouštědlům (latexové rukavice rozpouští většina rozpouštědel, PVC rukavice jsou o něco odolnější a pro hrubé práce je možno používat speciálních rukavic odolných proti rozpouštědlům) nebo neviditelné rukavice z filmu derivátů celulosy, které se natírají jako krém. Odolávají nepolárním rozpouštědlům. Použijí-li se rukavice, které v rozpouštědle bobtnají, účinek rozpouštědla se jen zhorší. Totéž platí při ochraně rukou krémem, který absorbuje lipofilní rozpouštědla a škodliviny (např. organokovy).

Fyziologické účinky některých škodlivých látek

Aceton a jiné ketony se vstřebávají kůží a dýchacími cestami. Mají narkotické účinky, při chronických otravách kašel, podráždění dýchacích cest, nechutenství, únava a závrať. Úvodní příznaky otravy jsou ospalost a pálení očí a kůže. Páry acetonu se drží při zemi a jsou výbušné.

Amoniak je plyn, používá se obvykle ve vodném roztoku v koncentraci okolo 30%. Je velmi těkavý, má leptavé účinky a způsobuje záněty spojivek až poškození zraku a bronchitidu. Prudce reaguje s halogeny, chlorečnany, rtuť, silnými kyselinami, komplexním chloridem zlatitým a dusičnanem stříbrným. Uvolňuje se z amonných solí a některých čisticích prostředků (Sídol).

Anilin je olejovitá kapalina, jejíž výpary se drží při zemi, pronikají kůží, jsou jedovaté a hořlavé.

Arsenik, oxid arsenitý je bílá krystalická sublimující látka, je částečně rozpustný ve vodě a je prudce jedovatý. Vzniká pražením arsenidových rud, auripigmentu, realgaru, svinibrodské a Scheeleovy zeleně. Smrtelná dávka je 0.1 g arseniku. Jako protijed, pokud je arsenik ještě v žaludku, se podává oxid hořečnatý, který tvoří nerozpustný arsenid.

Benzen způsobuje při chronických otravách po delší době bolesti hlavy, nespavost, poškození kostní dřeni a následné poruchy krvetvorby. Používá minimálně.

Benzin je součástí čističů skvrn, ředidel, leštících vosků, past a lepidel. Otrava nastává až při dlouhodobém vdechování a projevuje se bolestmi hlavy, podrážděním dýchacích cest a narkotickými účinky. Při chronické otravě se přidávají záněty spojivek, kůže a nespavost. Při požití se projevují euforické stavy podobné jako při požití alkoholu a následuje bezvědomí.

Chloramin (sodná sůl p-toluensulfochloraminu) má leptavé účinky na pokožku a dráždí oči.

Chlornan sodný je silně zásaditý a leptavý, dráždí pokožku a sliznice. Používá se k bělení papíru a textilu. Prudce reaguje s aminy a kyselinami (uvolňuje chlor) a s mýdlem. Asanuje se železnatými solemi a slabým roztokem kyseliny sírové. Pak se neutralizuje sodou a lze jej spláchnout do výlevky.

Chloroform způsobuje bolesti hlavy až bezvědomí a poškozuje játra. Intenzivně odmašťuje pokožku a je v podezření z karcinogenních účinků.

Dichlorethan má stejné účinky jako dichlormethan.

Dichlormethan dráždí kůži a sliznice a při zahřívání uvolňuje jedovatý fosgen.

Diethyléter dráždí dýchací cesty, může vyvolat až edem plic, při vdechování působí euforické stavy a následuje bezvědomí.

Dusičnany a dusitany mají podobné fyziologické účinky díky tomu, že se dusičnany v trávicím traktu redukují na dusitany. Tyto soli dráždí zažívací trakt a vyřazují hemoglobin z dýchacího řetězce. Dusičnany a dusitany se do pitné vody dostávají hnojením a mohou jimi být zamořeny studny v blízkosti polí. Ve vodovodní vodě jsou však přítomny taky, proto je dnes nutno malým dětem podávat pouze kojeneckou vodu. U dospělých vyvolává otravu již 0.5 g dusitanu (dusičnanu). Mezi jedy patří dusičnan stříbrný, který kromě jiného prudce reaguje s amoniakem a ethanolem. Dusitan sodný a draselný, také jed se asanuje zasypáním sodou a zalitím roztokem chlornanu vápenatého. Pak jej lze spláchnout do výlevky. Dusitany prudce reagují s amonnými solemi, rhodanidy, žlutou a červenou krevní solí a pruskou modří.

Ethanol způsobuje otravu při požití ve větším množství a při dlouhodobém vdechování. Má za následek poruchy koordinace, vidění a při těžké otravě selhává dýchání. Ethanol prudce reaguje s peroxidem vodíku a tuhým peroxidem (perboritanem), s kyselinou chromovou (obsažena v chromsírové směsi) a s kyselinou dusičnou.

Ethylacetát a další estery mají narkotický účinek a formiáty dráždí kůži a sliznice.

Ethylenglykol je málo těkavý, proto otravy vznikají většinou vstřebáním kůží a použitím. Má narkotické účinky a poškozuje játra a ledviny. Výpary dráždí spojivky a dýchací cesty.

Fenol se používá k desinfekci (kyselina karbolová) a jako herbicid. Způsobuje poleptání, které se těžko hojí, vstřebává se kůží a dýchacími cestami a může poškodit ledviny. Chronické otravy se projevují bolestmi hlavy a chronickými záněty spojivek, které mohou trvale poškodit zrak. Při požití se podává olivový olej.

Formaldehyd je plyn, který se používá absorbovaný do vody, formalin je 40% roztok formaldehydu. Působí poleptání, dráždí oči a alergickou bronchitidu. Používá se jako desinfekční prostředek, činidlo kůží a v malém množství jej mohou obsahovat fenolformaldehydové pryskyřice (nezreagovaný monomer).

Freony mají narkotické účinky a způsobují intenzivní podráždění kůže a sliznic, ve velké koncentraci způsobují selhání srdce.

Glycerin je relativně netoxický, požití však může vyvolat bezvědomí a je snaha vyvolat zvracení.

Hydroxid sodný a draselný je silně leptavý a prudce reaguje se silnými kyselinami a všemi peroxidy.

Kyanidy jsou vysoce toxické při požití, v kyselém prostředí se z nich uvolňuje kyanovodík (zápach po hořkých mandlích), který způsobuje již v malém množství okamžitou smrt a jeho páry jsou výbušné. Používá se do elektrolytických pozlacovacích a postrýbřovacích lázní a k čištění stříbra. Prudce reaguje s dusitany a chlorečnany, Jako protijed působí amylnitrit v ampulích, který se inhaluje. K práci s kyanidy je třeba povolení krajské hygienické stanice.

Kyselina dusičná způsobuje silné poleptání, při jejích reakcích se uvolňují nitrosní plyny (červený kouř), které mají silně leptavé účinky. Kyselina se přehřívá a pruská při ředění (je ji třeba lít do přebytku vody) a prudce reaguje s práškovými kovy, karbidy, sirovodíkem a terpentýnem.

Kyselina fluorovodíková způsobuje nekrotické popáleniny a má anestetické účinky, takže zasažený nemusí o popálení zprvu vědět. Fluorovodík snadno téká z roztoku a má tytéž účinky. Rozpouští všechny silikáty, proto ji nelze uchovávat ve skleněných lahvích, ale v lahvích polyethylenových nebo olověných. Utěsnění se provádí voskem.

Kyselina mravenčí způsobuje kromě poleptání poškození ledvin při vdechování, záněty kůže a dásní a vstřebává se pokožkou. Kyselina mravenčí stejně jako octová prudce reaguje s oxidačními činidly jako je kyselina sírová, chromsírová směs, peroxid vodíku, kyselina dusičná a lučavka královská. Kyselina octová i mravenčí jsou hořlaviny a jejich páry jsou výbušné.

Kyselina šťavelová patří mezi jedy, působí dráždění dýchacích cest, záněty sliznic, bolesti hlavy a zvracení. Poleptaná místa hnisají.

Kyselina thioglykolová se používá jako odrezovač a při konzervaci papíru. Patří mezi jedy, působí depilaci a exémy.

Lastanox se používá jako insekticid a fungicid, obsahuje organocínicité sloučeniny a estery kyseliny borité. Působí poleptání a je to nervový jed. Při práci s Lastanoxem je nezbytné používat rukavice, brýle a respirátor. Nehodí se k použití v obytných místnostech.

Lindan se používá jako insekticid a fungicid na dřevo. Obsahuje benzenhexachlorid (pentachlor), který se teplem rozkládá na jedovatý fosgen a chlorovodík. Je to nervový jed, je extrémně toxický, způsobuje zánět spojivek, bolesti hlavy, průjem a mentální poruchy. Při práci s ním je nutno používat ochranné pomůcky.

Manganistan draselný je silné oxidační činidlo, může způsobit poleptání, ale toxický je jen při požití. Prudce reaguje s peroxidy, ethanolem, methanolem, glycerinem etherem a kyselinou sírovou.

Methanol je silně toxický, způsobuje zvracení, křeče kosterního svalstva a poruchy vidění. Při smrtelné dávce selhává dýchání.

Methylmethakrylát je kapalnou složkou licích akrylátových pryskyřic (Dentacryl, Duracryl aj.) Je silně těkavý, dráždí kůži, sliznice a oči a způsobuje chronické záněty spojivek. Prudce reaguje s oxidačními činidly jako jsou dusičnany a peroxidy.

Morfolin (tetrahydrooxazin) se používá jako rozpouštědlo. Dráždí kůži, vážně poškozuje oči a dýchací cesty. Asanuje se směsí písku a sody.

Oxid siřičitý se uvolňuje rozkladem některých redukčních bělicích látek jako je thiosíran a siřičitany. Do ovzduší se dostává spalováním sirnatého uhlí a pálení samotné síry se používá k desinfekci. Plyn dráždí spojivky, dýchací cesty způsobuje bolesti hlavy. Při akutní otravě může vzniknout otok plic.

Oxid uhelnatý (svítiplyn, generátorový plyn, výfukové plyny) vzniká při spalování za nedostatečného přístupu vzduchu. Váže se na hemoglobin, čímž jej vyřazuje z dýchacího řetězce. Akutní otrava se projevuje bolestí hlavy, zvracením, apatií a mdlobami.

Perchlorethylen se používá jako rozpouštědlo zejména při čištění textilu. Způsobuje puchýře záněty kůže a spojivek, poškozuje ledviny, plíce a způsobuje poruchy krevního oběhu.

Peroxid vodíku při koncentraci od 10% způsobuje bělavé spáleniny, které je třeba ihned omýt. Prudce až explozivně se rozkládá v přítomnosti iontů těžkých kovů (manganaté, železité, kobaltnaté aj.)

Propanol, amylalkohol, isopropanol a butanol dráždí kůži a sliznice a mají narkotické účinky.

Pyridin se používá jako rozpouštědlo, je silně zásaditý a způsobuje poleptání, alergické ekzémy a je karcinogenní. Prudce reaguje s oxidačními činidly a asanuje se směsí písku a sody.

Sirouhlík se používá jako rozpouštědlo a jako součást insekticidů. Nepříjemně páchne, proniká kůží, je silně jedovatý, má narkotické účinky a způsobuje psychomotorické poruchy.

Sirovodík se uvolňuje rozpouštěním sirníků v kyselinách a biologickým rozkladem. Páchne po zkažených vejcích a způsobuje poruchy centrální nervové soustavy. Je jedovatý již v malých dávkách.

Sloučeniny arsenu (arsenik, svinibrodská a Scheeleova zeleň, auripigment, realgar) inhibují činnost některých životně důležitých enzymů. Arsenové insekticidy a depilační prostředky se již nevyrábějí a možnost kontaktu s těmito látkami je velmi malá. Vstřebávají se trávicím a dýchacím traktem a kůží a jsou známy chronické otravy. Poškozují játra, ledviny a způsobují psychické změny.

Sloučeniny bóru (kyselina boritá, borax, perborax) jsou součástí bělicích prostředků, pracích prášků a postřiků proti dřevokazným houbám. Smrtelná dávka kyseliny borité je 10-12g, pro děti již od 2g. Borax se používá při letování a ke změkčování vody (ne pitné!). Otrava se projevuje již po požití 1g vyrážkou, zvracením, při velké dávce nastává obrna dýchacího centra.

Sloučeniny chloru (chlorové vápno, chloramin, Savo - chlornan sodný, oxidy chloru) působí dráždivě na sliznice způsobují zánět spojivek.

Sloučeniny chromu (chromová žluť a červeň, dvojchroman sodný, chromová sikativa a fermeže). Při chronické otravě vznikají záněty nosohltanu a kůže. Ruce se chrání mastí s 10% roztokem kyseliny askorbové (vitamín C). Chromany se asanují zredukováním na chromité sloučeniny (oxid chromitý), které jsou daleko méně toxické a lze je spláchnout do odpadu. Při požití se podává ze stejných důvodů hydrogensířičitan sodný a suspenze uhličitanu hořečnatého (10 mg uhličitanu v 1 l) s vaječným bílkem.

Sloučeniny fluoru (kyselina fluorovodíková, fluoridy, fluorokřemičitany - fluáty) způsobují chronické otravy charakterizované změnami kostí a zubů a vyskytuje se téměř výhradně jako nemoc z povolání u dělníků z hliníkáren. Akutní otravy vznikají vdechnutím a sloučeniny fluoru leptají pokožku a způsobují těžko se hojící spáleniny.

Sloučeniny mědi (korozní měděnka, pigmentová měděnka, skalice modrá) dráždí dýchací a zažívací systém. Otravy jsou způsobeny nejčastěji požitím a kontaminací potravin protiplísňovými přípravky s obsahem skalice modré.

Sloučeniny olova (olovnatá běloba a její směsi, chromová žluť a červeň, minium) způsobují chronické otravy s bolestmi hlavy, závratí a nervovým poškozením. Otravy olovem jsou v současnosti poměrně vzácné a vyskytují se při dlouhodobé práci s olovnatými preparáty. Vstřebávají se zažívacím traktem a kůží.

Sloučeniny rtuti (rumělka, červená kadmia, sublimát) způsobují akutní i chronické otravy a nejjedovatější sloučeninou je sublimát (chlorid rtuťnatý) používaný dříve k moření dřeva proti plísni, jehož smrtelná dávka je 0.2-1g. Toxické jsou také páry rtuti, která se vypařuje již při pokojové teplotě. Rozlitá rtuť se asanuje se zinkovým práškem, se kterým vytvoří amalgám. Nejčastěji vznikají otravy fungicidy k moření osiva a pigmenty požitím nebo vstřebáním kůží.

Tetrachlormethan způsobuje bolesti hlavy, zvracení a poškozuje ledviny a játra.

Thiomočovina se používá při čištění stříbra a jako antikorozní činidlo. Způsobuje alergii a je podezřelá z karcinogenních účinků. Asanuje se slabým roztokem chlornanu vápenatého a po neutralizaci jej lze vylít do výlevky.

Thymol (3-hydroxy-p-cymen) se používá jako fungicid na kožešiny a papír. Je jedovatý, způsobuje zvracení a alergii.

Toluen způsobuje akutní otravy s příznaky podobnými požití alkoholu a následují mdloby. Dráždí pokožku a chronické otravy nejsou známy.

Triethanolamin se používá jako inhibitor koroze železa a smáčedlo. Je poměrně málo toxický, při chronických otravách však poškozuje játra a ledviny. Asanuje se zasypáním síranem sodným a pak jej lze spláchnout do výlevky.

Trichlorethan odmašťuje pokožku, při inhalaci má narkotické účinky, způsobuje žaludeční nevolnost. Prudce reaguje s alkalickými kovy, způsobuje korozi hliníku, používá se jako náhražka toxičtějšího tetrachlormethanu. Při zahřátí vyvíjí toxický fosgen.

Trichlorethylen má narkotické účinky, dráždí kůži a sliznice a způsobuje poruchy centrální nervové soustavy. Je součástí odstraňovačů skvrn (či-ku-li). Je podezřelý z karcinogenních účinků.

Tužidla epoxidových pryskyřic jsou v nezreagovaném, čistém stavu jedovaté a dráždivé látky, které dráždí oči, leptají pokožku a způsobují alergické ekzémy a astma. Po kontaktu s vytvrzovanou směsí epoxidové pryskyřice je třeba umýt ruce vodou a mýdlem, natřít Indulonou a znovu smýt.

Xylen má silnější narkotické účinky než toluen a benzen, dráždí sliznice, při chronické otravě nastávají poruchy spánku, malátnost a nechutenství

Žíraviny

Kyseliny způsobují koagulaci (denaturaci) bílkovin a příškvarky jsou přesně ohraničené. Poškození vyvolává kontakt se kyselinou chlorovodíkovou, sírovou (hnědočerné skvrny), dusičnou (žluté skvrny), fluorovodíkovou (bílé skvrny), kyselinou octovou a to zvláště s kyselinou ledovou (100% octová), kyselinou mravenčí, šfavelovou a dalšími méně běžnými kyselinami (např. chloroctové

kyseliny). Působení koncentrované kyseliny nemusí být zpozorováno ihned (zvl. kyselina dusičná, fosforečná a fluorovodíková) a poškození bývá závažnější. Podceňovat však nelze ani zředěné roztoky kyselin. Z nich zvláště kyselina fluorovodíková působí velmi špatně se hojící popáleniny. Silně kyselou reakci dává též fenol (kyselina karbolová). Kyselé reaguje fluorovodík a chlorovodík vypařující se z příslušných kyselin, oxid siřový, oxidy dusíku a slaběji oxid siřičitý.

Silně kyselé jsou roztoky řady solí, zejména hydrolyzujících chloridů kovů a přípravky pro použití v domácnosti: čistič stříbra obsahuje kyselinu chlorovodíkovou, stejně jako různé prostředky na odstraňování železitých skvrn ze sanitární keramiky a dlaždiček. Jiné prostředky tohoto druhu obsahují kyselinu šťavelovou (oxalovou), sírovou a fosforečnou. Tyto kyseliny obsahují i různé odrezovače.

Kyselinou zasažené místo se důkladně opláchně vodou, případně se neutralizuje 5% roztokem jedlé sody (hydrogenuhličitan sodný), který je dobře mít přichystán pro případ první pomoci (zasažení očí) a připraví jej na požádání lékárna. Při požití kyselin se podává pálená magnésie (oxid hořečnatý), který má neutralizující účinky a vytváří nerozpustné soli, které se nevstřebávají. Jedlá soda se pro vývin velkého množství oxidu uhličitého nedoporučuje. Použití silnějších alkálií i k povrchové neutralizaci je naprosto nevhodné (např. krystalová soda, uhličitan sodný).

Zásaditě reagující látky jsou hydroxidy (louhy), aminy a další látky. Zasažení bývá závažnější než zasažení kyselinou, neboť luh rozpouští bílkoviny a proniká hluboko do tkáně. Poleptání způsobuje hydroxid sodný, hydroxid draselný, hydroxid vápenatý (hašené vápno) a zásaditě také reaguje oxid vápenatý (nehašené vápno), karbid vápenatý, uhličitan sodný (krystalová soda), uhličitan draselný (potaš), uhličitan amonný (amonium), křemičitan sodný (vodní sklo) a z plynů čpavek, který se používá rozpuštěný ve vodě. Silně zásaditě reagují alkalická odmašťovadla (Alkony), odstraňovače starých nátěrů a některé čisticí prostředky.

Zasažené místo se důkladně opláchně, případně se neutralizuje roztokem octa zředěným 1:5 (asi 2% kyselina octová) nebo zředěnou kyselinou citrónovou. Při zasažení očí se používá borová voda (roztok kyseliny borité).

Při práci s kyselinami a zásadami je třeba vyvarovat se přímého dotyku a používají se latexové a PVC rukavice, při hrubých pracech speciální rukavice proti kyselinám. Neviditelné rukavice nejsou účinné, neboť se rozpouštějí. Láhve s leptajícími látkami se umísťují na police maximálně ve výši ramen, aby se snížilo riziko, že se jimi pracovník polije. Neutralizační prostředky mají být vždy po ruce a v případě rozlití se kyseliny neutralizují krystalovou sodou, zásady octem.

Tab. Hořlaviny

Hořlaviny I. třídy	aceton, benzen, butanol, ethanol, methanol, diethléther, ethylacetát, isopropanol, pyridin, nitrobenzen, benzin, cyklohexan, cyklohexanol, ethylacetát, methylacetát
Hořlaviny II. třídy	amylacetát, diacetonalkohol, dimethylformamid, toluen, xylen, lakový benzin, terpentýn, cyklohexanon, ethylmethylketon, amylacetát, kys. mravenčí, kys. octová.
Hořlaviny III. třídy	ethylenglykol, fenol.
Nehořlavá rozpouštědla	chlorované uhlovodíky a voda
Hořlavé plyny	vodík, methan a páry výše uvedených rozpouštědel.

Hořlaviny I. třídy se nesmějí skladovat společně se zvláště nebezpečnými jedy. V laboratoři či ateliéru je možno mít maximálně 20 l hořlavých rozpouštědel a ta se musejí uchovávat v plechové skříni. Další zásoby se uchovávají v příručním skladu, kde je možno uchovávat hořlaviny všech tříd do 2000 l. Sklad neslouží jako pracoviště a je do něj zakázán vstup s otevřeným ohněm. Sklady rozpouštědel jsou většinou ve sklepních a přízemních prostorách, které musejí být dobře větratelné a podmínky skladování upravuje norma ČSN 65 0201. Rozlitá rozpouštědla se asanují zasypáním pískem nebo jinou nehořlavou porézní látkou, která se pak odstraní. Vznícená rozpouštědla se nehasí vodou, protože plavou na její hladině a rozstříkují se. Používají se ostatní typy hasicích přístrojů. Použitá rozpouštědla není možné vylévat do odpadu, neboť se udržují na hladině vody a vypařují se zpět do místnosti nebo do kanalizace, a jsou ekologicky závadná. Slévají se do kanystru a spalování zajišťují firmy likvidující odpady.

Způsoby hašení jsou založeny na snaze zamezit přístupu kyslíku ke vznícenému materiálu a odebrat mu maximum tepla. Obojí může obstarat voda, účinnější jsou hasicí přístroje:

Vodní hasicí přístroj obsahuje hydrogenuhlíčan sodný a nádobku s kyselinou sírovou, která se nárazem rozbije, reakcí uhlíchanu a kyseliny se vyvíjí oxid uhličitý, který vytlačí vodu z přístroje a sám vytváří atmosféru zabraňující hoření.

Pěnové přístroje obsahují navíc saponát a síran hlinitý.

Sněhové přístroje obsahují stlačený oxid uhličitý, který se při otevření ventilu vypaří, mnohonásobně zvětší svůj objem. Ochladí se až na vločky suchého ledu a pak opět sublimuje, přičemž chladí hořící materiál. Plynný oxid uhličitý se drží při zemi a tvoří nehořlavou atmosféru.

Práškové hasicí přístroje jsou plněny hydrogenuhlíchanem sodným, který se horkem rozkládá za vzniku oxidu uhličitého.

Tetrachlorové přístroje vytvářejí nehořlavou páru, která se drží při zemi. Hodí se k hašení kapalin a elektrického vedení, nelze ho však použít v uzavřené místnosti, neboť se tetrachlor oxiduje na jedovatý fosgen.

Destilaci rozpouštědel je třeba provádět v digestoři, odtah musí být zapnutý dříve, než se rozpouštědlo začne vařit a v baňce musí být již před začátkem varu umístěn varný kamínek (porézní kus dlaždice nebo cihly), který promíchává kapalinu u dna a zabraňuje vzniku utajeného varu. Bez varného kamínku hrozí místní přehřátí kapaliny, které vede k nenadálému vývoji par a aparatura může explodovat. Zapomenete-li varný kamínek vhodit za studena, za horka to již není možné, neboť právě jeho vhození může vyvolat explozi. V blízkosti rozpouštědel je nebezpečné pracovat s otevřeným ohněm, kouřit a zahřívání je třeba zásadně provádět elektrickým vařičem, topným hnízdem, a není-li možno jinak, na plynovém kahanu s vodní, olejovou nebo pískovou lázní. Destilační kolona nesmí pracovat bez dozoru.

První pomoc při popálení: Zasažené místo je třeba důkladně ochladit tekoucí vodou a to ihned po úraze. Na popáleninu se nepřikládají žádné masti, desinfekce ani líh. Při větších popáleninách, (několik čtverečních centimetrů) je třeba ihned vyhledat lékařskou pomoc, neboť pravidelně následuje sepse a pro dobré zajištění rány jsou rozhodující první hodiny po úraze. Není-li pacient pohyblivý, je třeba popáleninu překrýt sterilním obvazem (trojcípý šátek nebo mul), provést protišoková opatření a zavolat první pomoc. Pokud to situace dovoluje, je nejrychlejší zraněného odvézt na chirurgické oddělení některé nemocnice či větší polikliniky.

Chemické sklo a laboratorní pomůcky

Chemické nádobí je zhotoveno z tvrdého varného draselného nebo borosilikátového skla (Simax, Jenatherm G, Pyrex), které se od běžného skla liší menším zásaditým výluhem a větší odolností vůči zvýšené teplotě. Jeho teplota měknutí se pohybuje okolo 500°C a sklo má malou tepelnou roztažnost, takže při nepravidelném zahřátí nepraská. Tepelnou odolnost však nelze přeceňovat,

zvláště v případě bodového ohřátí nesvítivým plamene kahanu. Také prudké ochlazení může způsobit prasknutí skleněné nádoby. Prasknutí mohou napomoci povrchové škrábance a rýhy. Pro zahřívání a vaření jsou určeny jen nádoby z varného tenkostěnného skla, silnostěnné praskají. Porcelán také vydrží vyšší teplotu - jeho bod měknutí se pohybuje okolo 1400°C.

Čištění chemického skla se provádí mýdlovou vodou nebo saponátem v obyčejné vodovodní vodě a poté se oplachuje ve vodě destilované. Nádobí určené ke kvalitativní či kvantitativní analýze se oplachuje 3x v destilované vodě, vždy v nové lázni. Zvláště znečištěné nádobí se čistí naložením do chromsírové směsi, která se připravuje tak, že se vodný roztok dvojchromanu draselného 1 : 10 smísí s 1-1,5 násobkem objemu kyseliny sírové. Silnější chromsírová směs je nasycený roztok dvojchromanu v kyselině sírové. Vznikne červeně zbarvená kapalina obsahující oxid chromový, která má silné oxidační vlastnosti a nečistoty rozloží a uvede do roztoku. Jak se chromsírová směs zvolna vyčerpává, mění barvu do zelena (vzniká oxid chromový). Chromsírová směs je neobyčejně agresivní, je s ním možno pracovat jedině v gumových rukavicích a při reakci se může zahřívát. Starší literatura udává čisticí směs manganistanovou, kterou však nelze doporučit, neboť se může explozivně rozkládat. Na mastné depozity lze použít ethanolický louh, směs hydroxidu sodného, ethanolu (lihu) a malého množství vody. S ethanolickým louhem je též třeba pracovat opatrně a jedině v rukavicích.

Mytí nádobí je nedílnou součástí laboratorní práce a vyplácí se trpělivý a kvalifikovaný přístup, aby drahé nádobí nepřicházelo nazmar. Důležité je mýt hned po použití a stupňovat použité přípravky od nejjednoduššího (voda) k razantnějším: Nejprve zkoušíme kyselinu chlorovodíkovou, sírovou dusičnou, u organických nečistot též ethanol, toluen a nakonec chromsírovou směs. Mezi jednotlivými etapami musí být nádobí důkladně opláchnuto vodou, neboť chromsírová směs prudce reaguje s některými organickými látkami, např. s ethanolem.

Nádobí se neutírá, ale nechává volně okapat nebo se vkládá do sušárny (nikoli nádobí s korkovými či gumovými součástmi a přesné odměrné nádobí). Urychleného schnutí dosáhneme vypláchnutím ethanolem, případně pak ještě etherem či acetonem.

Druhy chemického nádobí a laboratorních pomůcek

Baňky s plochým nebo kulatým dnem a s dlouhým nebo krátkým hrdlem se používají k zahřívání a jako reakční nádoby. Varné baňky s plochým dnem se tloušťkou a odolností proti teplotě liší od titračních baněk, které bývají menší (max. 250 ml) a mají široké krátké hrdlo. Jako součást aparatur se používají varné zábrusové baňky, přikapávací s postranním tubusem na sulfonační baňky

Bodotávek slouží k určování bodu tání pevných látek (viz.)

Büchnerovy nálevky jsou porcelánové nálevky, do nichž se filtrační papír vkládá v kolečkách na perforované dno. Používají se k podtlakové filtraci nasazené na odsávací baňku.

Byrety jsou skleněné trubice s dělením odshora dolů očíslovaným, které jsou v dolním konci zakončeny kohoutkem nebo hadičkou s tlačkou. Užívá se jich k odměřování přesného objemu, který se pohybuje mezi 0.05 a 50 ml. U byret mnoho záleží na tom, aby se zvláště při rychlejší vypouštění tekutiny vyčkal, až tekutina dojde. Aby se na odměrných nádobách hladce tvořil meniskus a neulpívaly nad ním kapky tekutiny, je třeba odměrné nádoby, jmenovitě pipety a byrety náležitě čistit. To se děje vymýváním vlažnou mýdlovou vodou a dále destilovanou vodou nebo chromsírovou směsí. Sušíme prosáváním vzduchu, nikdy do byrety nefoukáme. Odměrná nádoba má udaný obsah jen při teplotě, pro kterou byla kalibrována (obvykle 20°C).

Dělicí nálevky zvané děličky slouží k oddělování nemísitelných kapalin (spodní fáze se vypustí kohoutem) a pro dávkování kapalin do reakčních směsí. Tento druh dělíček mívá tubus opatřený zábrusem a nazývají se přikapávačky.

Drobné nástroje jsou chemické kleště sloužící k uchopení horkých předmětů. K témuž účelu slouží skřípec na zkumavky. Chemikálie se nabírají lžičkou nebo kopistí čili špachtlí. K uzavírání hadiček slouží tlačky. K uchycování aparatur na stojan slouží klemy k upevnění nálevek nebo sítky nad kahan slouží kruh. Zahřívání nádoby se umísťují také na třínožku a vždy na azbestovou sítku.

Ehrlenmeyerovy baňky jsou kónické nádoby s úzkým nebo širokým hrdlem. Vyrábějí se v objemech 25 ml až 5 l. Kónické zúžení zabraňuje většímu odpařování, umožňuje krátkodobé zahřívání bez zpětného chladiče, zejména tehdy, když hrdlo baňky přikryjeme hodinovým sklíčkem a kouskem ledu. Celý vnitřek baňky je dostupný tyčinkou. Používají se ke krystalizaci, jako reakční nádoby, k zahřívání roztoků a lze do nich jímat destiláty. Nelze je používat k jakékoli práci za sníženého tlaku, jak to platí pro všechny tenkostěnné baňky s plochým dnem.

Frakční baňka je dlouhordlá baňka se postranním tubusem určená pro destilaci. Hrdlem se přes zátku se zavádí teploměr a na postranní tubus se opět pomocí zátky připojuje Liebigův chladič a spodní konec se opatří alonží.

Frity jsou nálevky ve spodní části opatřené filtrační skleněnou destičkou ze slinutého skla (frity). Vrchní část bývá válcovitá nebo kuželová a bývají označeny S 0 až 4 podle průlinčitosti (čím vyšší číslo, tím hustší). Používají se nasazené do tulipánku k podtlakové filtraci.

Hadice pryžové nebo PVC se používají k vedení plynů, par i kapalin. Pryžové hadice vzdorují dobře vodě, zředěným kyselinám i louhům, nesnášejí však chlor, páry bromu a benzen, bobtnají v olejích a uhlovodíkových rozpouštědlech. Jsou natolik pevné, že silnostěnných tzv. tlakových hadic je možno užít k napojení vývěvy. Při navlékání musí být hadice hladce seříznuta, aby se netrhala a nasazujeme-li ji na skleněnou trubici, musí mít tato otavené okraje. Jde-li navlékání na sucho obtížné, je nutno potřítk skleněnou část nebo vnitřek hadičky glycerinem či lehce navlhčit. Po navlečení je nezbytné hadičku na pevnou část připevnit svorkou, nikoli drátem, který může hadici proříznout. PVC hadice jsou olejovzdorné a vůbec vůči chemikáliím velmi odolné, nejsou však tak pevné, při tlakovém namáhání praskají, a lze je teplem tvarovat. Ke speciálním účelům se používají také drahé silikonové hadice, které odolávají vysokým teplotám, olejům a uhlovodíkovým rozpouštědlům.

Hodinová sklíčka jsou kruhová mírně vypouklá skla, která v závislosti na velikosti slouží k přikrývání kádinek, nálevek a k sušení nebo k odpařování malých množství těkavých rozpouštědel, např. při zkouškách krystalizace

Hustoměr slouží k měření hustoty kapalin (viz. měření hustoty)

Kádinky se podle poměru výšky a průměru dělí na vysoké a úzké. Vyrábějí se v objemech 5 ml až 10 l. Slouží k mísení a zahřívání, nehodí se ke krystalizaci a k uchovávání těkavých rozpouštědel. Kádinka vysoká bez nálevky, široká s nálevkou, kádinka dle Phillipse, kónická kádinka s nálevkou.

Kahany jsou lihové, na zemní plyn, dnes již málo používané na svítiplyn a na propan butan (viz. zahřívání).

Kippův přístroj slouží k laboratorní přípravě plynů.

Nálevky se používají k nalévání kapalin a k filtraci roztoků. Podle účelu mají dlouhý nebo krátký stonek o různý průměr. Pro filtraci větších množství se používají nálevky žebrované.

Násypky . se tvarem podobají nálevkám, ale mají široký a krátký stonek.

Odměrné baňky jsou skleněné baňky úzkohrdlé, obvykle se zabroušenou zátkou, ale i bez ní. Pojmou jeden určitý objem po znamínko vyznačené na hrdle (obvykle 50-1000 ml). Znamínko na baňce je kruhové a při odměřování kapaliny je třeba, aby se opticky přední strana kryla se stranou zadní, kruhové znaménko se má jevit jako přímka a meniskus tekutiny

se má dotýkat rysky dolním okrajem. Odměrných baněk používáme k přípravě roztoků o známé a pokud možno přesné koncentraci. Tekutinu do nich naléváme nálevkou a dáváme pozor, aby nesmáčela sklo nad ryskou. Stalo-li se tak, vysušíme ji svítkem filtračního papíru, když jsme baňku naplnili až na několik ml pod znamínko a pak pipetkou dodáme zbylé množství tekutiny. Odměrné nádoby se nikdy nesuší za zvýšené teploty, neboť jsou přesně kalibrovány. Nenechávají se v chromsírové směsi při čištění déle než několik hodin.

Odsávačky jsou silnostěnné Ehrlenmeyerovy baňky s postranní olivkou a používají se při filtraci za sníženého tlaku k jímání filtrátu. Stejnou funkci plní i tlustostěnné zkumavky s postranní olivkou zvané odsávací zkumavky.

Petriho miska je dvojmiska s krycím víkem.

Pipety slouží k odměření menšího objemu tekutiny. Rozeznáváme pipety nedělené a pipety dělené.

Prvé z nich jsou nejčastěji skleněné trubice, které jsou ve středu válcovitě rozšířeny a na dolním konci vytaženy v úzký otvor. Mají jen jednu známku umístěnou nad rozšířením a slouží k odměření jen jednoho objemu na pipetě označeného. Jejich plnění se děje tak, že mírně nasajeme tekutinu nad známku, uzavřeme horní otvor zvlhčeným ukazováčkem a osušíme dolní konec filtračním papírem. Pak opatrným uvolňováním ukazováčku necháme meniskus tekutiny klesnout až ke kruhové známce. Nato vyprázdníme obsah pipety do připravené nádoby, tak že přiložíme dolní otvor pipety kolmo držené na skleněnou vnitřní stěnu nádoby, uvolníme ukazováček a necháme téci, až ustane souvislý proud. Pak vyčkáme cca 15 sekund a otřeme dolní otvor pipety jedním krátkým posunutím po stěně nádoby. Zbylá kapalina se nikdy nevyfukuje. Dělené pipety jsou skleněné trubice, které jsou děleny na ml, popř. na jejich zlomky a jsou od shora dolů očíslovány. Na dolním konci jsou vytaženy rovněž v úzký otvor. Hodí se k odměření různých množství tekutiny. Plní se nasátím až po horní známku a vyprazdňují se vypouštěním tekutiny, až meniskus klesne k žádané známce.

Prachovnice jsou širokohrdlé lahve podobné reagenčním a slouží k uchovávání pevných preparátů.

Promývačky slouží k promývání plynů nebo k jejich probublávání reakční směsí.

Soxhletův přístroj pro extrakci (viz.)

Reagenční lahve mají zábrusové nebo šroubovací uzávěry a slouží k uchovávání preparátů.

Vyrábějí se ve velikostech od 50 ml do 10 l. Často se vedle skleněných používají levnější polyethylenové.

Sublimační aparát slouží k přečištění látek sublimací nebo k vymrazování par z odsávaného vzduchu před olejovou vývěvou.

Třecí misky s tloučkem se používají k roztírání preparátů a lze je použít i k tření barev. Nejčastěji jsou porcelánové se zdrsňelým povrchem a tloučkem, existují však i hladké a skleněné misky. Pro analytické účely se používají misky achátové, které mají minimální otěr. K roztloukání slouží hmoždíře, např. Plattnerův hmoždíř zajištěný proti ztrátám roztloukané látky.

Vodní vývěva slouží k evakuaci nádob pro podtlakovou filtraci, destilaci ap.

Woulfova láhev je nádoba z tlustého skla s několika hrdly a někdy s tubusem u dna. Slouží jako pojistná láhev, např. při destilaci ve vakuu u vodní vývěvy, aby voda nenatekla do soustavy.

Zábrusové aparatury slouží obvykle k destilaci a k organickým syntézám, které probíhají za zvýšené teploty a po řadu hodin. Tyto syntézy vyžadují dobře utěsněné reakční soustavy, aby neunikala těkavá rozpouštědla. Chladiče zpětné se používají ke kondenzaci těkavých komponent unikající ze zahříváných reakčních směsí a k jejich zpětnému vracení do reakční směsi. Chladiče sestupné se používají ke kondenzaci par složek při destilaci a odvádí se jimi destilát do jímadla. Většinou jsou to vodní chladiče, u nízkovroucích kapalin (do 150 °C) stačí vzduchem chlazená dostatečně dlouhá trubice, tzv. vzduchový chladič. Trubice musí být dostatečně dlouhá, aby destilát kondenzoval již v její první třetině. Nejrozšířenější typy

vodních chladičů jsou chladič dle Liebiga, nejúčinnější a nejpoužívanější je spirálový chladič Dimrothův. Běžný je také kuličkový chladič. K destilaci určené sestupné chladiče mají přitaven nástavec, kterým se připojují k destilační baňce a do kterého se umísťuje teploměr ke kontrole teploty odcházejících par. Vedle tubusu na teploměr může mít chladič druhý tubus k zavedení kapiláry při vakuové destilaci. Tento typ chladiče se nazývá Claisenův chladič. Je-li nástavec odpojitelný, lze jej použít k přeměně zpětného chladiče (Liebigova či Dimrothova, ne kuličkového) na sestupný určený k destilaci a nazývá se Claisenův nástavec. Stejnou funkci má nástavec s odbočkou, který však nemá tubus na kapiláru. Destilační soustava se zakončuje alonží kterou se destilát odvádí do jímky. Y kusy slouží k napojení zpětného chladiče a přikapávačky u soustav určených syntéze pod zpětným chladičem. Sušicí rourka brání vniknutí vlhkosti do aparatury a je naplněna hygroskopických chloridem vápenatým. Jádru s nástavcem na přehánění vodní parou se používá při destilaci s vodní parou. Funkční zapojení zábrusových kusů je patrné na těchto obrázcích: - zahřívání pod zpětným chladičem za vyloučení vlhkosti, do směsi se přikapává reakční složka a míchá se míchadlem. - extrakce se Soxhletovým přístrojem (viz. extrakce), nezábrusová destilační aparatura se vzdušným chladičem, - standardní zábrusová aparatura k destilaci, - aparatura k destilaci s vodní parou (viz. destilace), - aparatura k vakuové destilaci s jímkou na frakce (tzv. prasátko).

Zábrusy slouží k utěsnění dílů aparatur a nahrazují provrtané zátky pospojované hadičkami. Běžné jsou kuželové zábrusy s normovaným průměrem (První č. udává průměr zábrusu a druhé označuje délku zábrusu při úkosem 1:10. Vyrábějí se zábrusy od 5/13 do 100/60 a nejběžnější jsou NZ 14.5/23 a NZ 29/32 nebo NZ 45/40. Při nákupu dílů aparatur musejí být pochopitelně všechny zábrusy stejné. Pro spojování různých zábrusů se používají tzv. přechodní vložky neboli redukce. Pro speciální použití jsou určeny kulové zábrusy. V současnosti se místo zábrusů často používají šroubové spoje s převlečnou polyethylenovou matkou, které jsou označeny písmeny GL a číslem udávající průměr skleněné části. Při sestavování zábrusových aparatur je nutné dbát určitých zásad zaručujících funkčnost a bezpečnost. Jednotlivé díly musejí být bezpečně upevněny v držácích stojanu a nesmějí být zkříženy, aby pnutí nezpůsobilo po zahřátí popraskání skla. Části by měly být z téhož druhu skla, neboť při rozdílné roztažnosti jednotlivých dílů opět vzniká pnutí a zábrusy pak nejdou rozebrat. Zapečení zábrusů se zamezuje namazáním Ramsayovým tukem, který zároveň těsní. Správně namazaný zábrus při otočení zprůhlední a nevytlačuje přebytek mazadla. Kohouty se mažou mimo vrtání, které by se mohlo ucpat. V případě, že zábrusy, zejména kohouty, netěsní, přebírušují se jemným křemeným pískem (dodává se speciálně k tomuto účelu). Aby se zábrus nezapekl, nesmí se do něj dostat reakční směs a aparatura se musí rozebírat za tepla. Ukládají-li se díly mimo provoz, do zábrusem se vloží kousek papíru. Zapečení zábrusy se uvolňují opatrným vikláním, kape se do nich glycerin nebo se lehce nahřívají tak, aby se roztáhl vnější plášť a nikoli jádro. Aby se dosáhlo co největšího teplotního rozdílu mezi jádrem a pláštěm, zábrus se nejprve vychladí v suchém ledu a pak rychle ohřeje. Plamenem nelze ohřívat zábrusy lahví s hořlavinami, ty se musejí ohřívat třením. Zvláště svízelné případy zamrzlých kohoutů se daří otevřít pomocí mechanického světáku, jehož čelisti se vyloží tuhým papírem, aby kov nedosedal přímo na sklo. Do roztažených čelistí se vloží zábrus tak, aby se plášť zábrusu opíral o nepohyblivou a jádro o pohyblivou čelist. Mírným dotlačením čelistí jádro z pouzdra vyklouzne, nesmí však upadnout na zem.

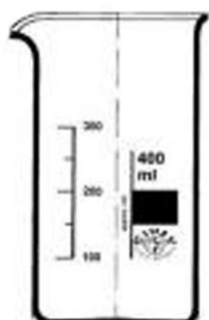
Zátky se používají korkové, pryžové nebo polyethylenové. Pryžové zátky lépe těsní, do korkových se zase lépe řezou otvory. Otvory do zátek vrtáme korkovrtem proti rovné ploše od užšího konce zátky k širšímu. Při řezání pryže smáčíme korkovrt glycerinem, korkové zátky řezeme na sucha a před vrtáním je důkladně promačkáme, nejlépe mezi dvěma prkénky, kterými pohybujeme tak, aby se zátky otáčela pod mírným tlakem kolem své osy. K tomuto účelu lze zakoupit páčkové mačkadlo neboli krokodýla. Korkovrty se ostří ostříčem tak, že se nůž odtáhne od kužele, kužel se zasune do korkovrtu, nůž se přitlačí a otáčí se jím.

Zkumavky slouží pro pokusy v malém měřítku, pro orientační zkoušky rozpustnosti, krystalizaci malých množství apod. Snášejí náhlé změny teplot, lze je zahřívat přímým plamenem nebo i prudce ochladit tekoucí vodou.

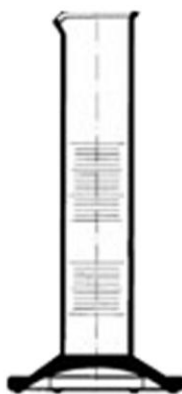
Obr. Chemické sklo



Nízká kádinka



Vysoká kádinka



Odměrný válec



Odměrná baňka



Exsikátor



Buchnerova nálevka



Vodní vývěva



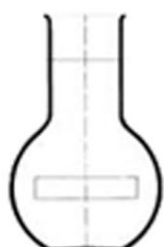
Filtrační zařízení dle Mortona



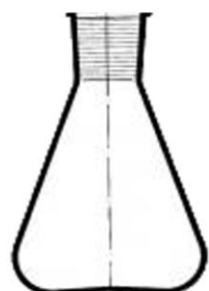
Filtrační nálevka



Odsávací baňka



Titrační baňka



Ehrlemeyerova baňka



Produktová baňka



Varná baňka



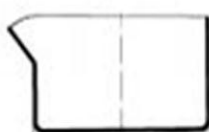
Filtrační fritra



Váženka



Násypka



Krystalizační miska

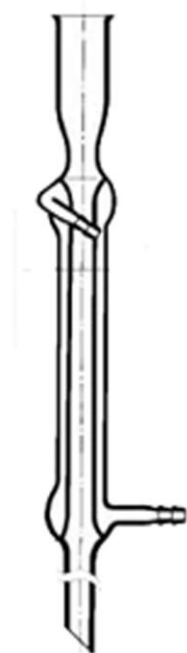


Odpařovací miska



Lodičky k odvažování

Obr. Chemické sklo



Chladič
dle Liebiga



Kuličkový
chladič



Spirálový chladič
dle Dimrotha



Pipeta
dělená



Pipeta
nedělená



Byreta



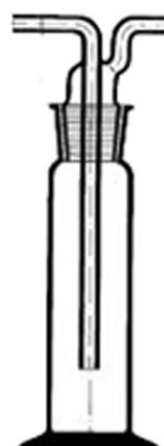
Reagenční
lahev



Reagenční
lahev



Prachovnice



Promývačka



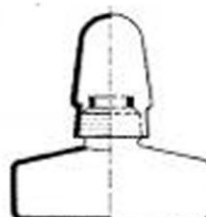
Dělička



Kapací lahev



Nádobka na
kanadský balzám



Lihový kahan



Třecí miska s tloučkem

Váhy a vážení

Vážení je jeden z nejobvyklejších laboratorních úkonů. Jsou-li k dispozici dobré váhy a zachováme-li všechna pravidla správného vážení, můžeme docílit mimořádné přesnosti, jakou např. při odměřování objemu nedosáhneme. Podle citlivosti a váživosti se rozlišuje několik druhů vah. Analytické váhy váží s přesností na 0.0001 g a mají váživost několik g. Používají se při analytických stanoveních. Technické váhy zvané též lékárnické či zlatnické mají větší váživost a váží s přesností na 0.01g (viz dále). Předvážky váží obvykle do 1-5 kg s přesností na 0.1g. Drogistické či krámské váhy jsou všechny ostatní váhy, které se nepovažují za váhy laboratorní.

Termíny: Váživost vah je největší dovolené zatížení, kterému můžeme bez poškození vystavit jednu miskou vah. Citlivost vah je poměr mezi výchylkou ukazatele a malým závažím, kterým je způsobena. Nulová poloha je místo na stupnici, kolem kterého se káva a nakonec se zastaví jazýček vahadla nezatížených vah.

Technické váhy mají váživost 200-1000 g a váží s přesností na 0.01g. Obvykle to jsou váhy s dvěma miskami, vahadlem a závažíčky. Obvykle mají aretaci, což je zařízení, které umožňuje vysunutí vahadla z břitů a tím chrání břity před mechanickým poškozením zejména v době, kdy nevážíme. Odaretování a aretaci provádíme vždy opatrně a pomalu, aby nedošlo k vypadnutí závěsů misek z břitů. Nejsou-li váhy v činné poloze, musí být vždy zaaretovány. Závaží pro přesné technické váhy jsou obvykle mosazná a bývají uložena v dřevěné skříňce zároveň se zlomky a pinsetou.

Postup při vážení:

Stanovíme nulovou polohu, to znamená, že váhy odaretujeme a zjistíme, zda se jazýček vahadla při nezatížených vahách kryje s nulovým označením stupnice. Není-li tomu tak, vyrovnáme nulovou polohu vyvážením zlomkem závaží. Pak váhy zaaretujeme.

Odvažovaný předmět ve vhodné nádobce (kádince, vážence, na hodinovém sklíčku nebo na lodičce položíme na levou miskou vah.

Na pravou miskou dáme pomocí pinsety závaží předpokládané hmotnosti a opatrně částečně odaretujeme a sledujeme výchylku jazýčku. Podle toho buď přidáme nebo ubereme a tak postupně přidáváme menší závaží, přičemž dodržujeme zásadu, že vždy postupujeme od těžšího závaží k lehčímu. Hmotnost závaží zapisujeme podle prázdných míst v sadě závaží a kontrolujeme ji při vrácení závaží do soupravy. Po vyvážení vah tyto zaaretujeme a pak sejmeme vážený předmět a závaží.

Pro stanovení hmotnosti odvažované chemikálie buď zvážíme předem nádobku (táru), nebo zvážíme nádobku po vysypání s případným zbytkem chemikálie (tzn. navažování z rozdílu).

Při vážení je třeba dbát, aby váhy byly vždy ve vodorovné poloze, kterou kontrolujeme pomocí olovnice nebo vodováhy. Misky vah je třeba chránit před znečištěním chemikáliemi. Případnou nečistotu na vahách ihned odstraníme čistým hadříkem, případně miskou opláchneme a vysušíme. Do blízkosti vah se nesmí dávat chemikálii, které by mohly váhy korodovat. Stejně tak nesmějí korodovat závaží, neboť by pak měnila svou hmotnost.

Předvážky jsou určeny k velmi rychlému vážení, přesnost a dolní mez váživosti jsou však horší než u technických vah. Obvykle jsou jednomiskové poloautomatické sklonné váhy s rovnoběžníkovým vedením váhové misky a opatřené magnetickým tlumením kyvů. Výchylka vahadla se přenáší opticky do okénka (na stínidlo) na přední straně přístroje. Pro zatížení nad 100 g, nad 200 g atd. se rozsah vážení mění navažovacím knoflíkem na pravé bočnici přístroje. Váhy se zapínají vypínačem na zadní straně vah. Vodorovnou polohu vah kontrolujeme pomocí libely. Pak překontrolujeme nulovou polohu na matnici, případnou malou korekci lze udělat menším knoflíkem na pravé bočnici. V době, kdy se váhy nepoužívají, musejí být zaaretovány. Nemají však tzv. pracovní aretaci, to znamená, že břity držáku jsou trvale uloženy v achátových lůžkách. Při neopatrném

zacházení, zejména při prudkém postavení nebo rychlém odstranění váženého předmětu z misky vah může dojít k vyhození břitů z achátových lůžek nebo i k jejich poškození. Projeví se to tím, že váha v některé části stupnice začne drhout, případně je vůbec nepohyblivá. Chemikálie neklademe přímo na chromovanou misku a náhodné znečištění misky nebo skříňky vah ihned odstraníme.

Analytické váhy jsou nejcitlivější chemické váhy, které váží s přesností na 0.0001g. Používají se v analytických laboratořích pro odvažování velmi malých množství a jsou neobyčejně choulostivé. Jsou vždy umístěny ve skleněné skřínce, neboť již dýchnutí způsobí výchylku ukazatele. Proti otřesům jsou zajištěny stolcem, který je zapuštěn do stěny nebo speciálním stolcem s těžkou mramorovou deskou, který je složen z vlastního stolu, na kterém spočívají váhy, a ze samostojného rámu, o který se vážící opírá. Obvyklé jsou rovnoramenné poloautomatické váhy s tlumenými kyvy nebo jednomiskové torzní váhy. Pomocí závaží nebo řetízku pokládaného na vahadlo pomocí knoflíku vně skříňky se určí první tři desetinná místa, čtvrté se určí přičítáním nebo odečítáním podle polohy ukazatele na stínítku stupnice.

Digitální váhy jsou poněkud odolnější a vážení na nich je nekonečně snazší, neboť kromě volby rozsahu a automatického tárování je třeba jen vyčkat, až se ustálí hodnota na display. I k nim je však nutno přistupovat šetrně, krom jiného také proto, že se jejich cena pohybuje v desítkách tisíc. Pro běžnou laboratorní práci se tyto váhy nepoužívají.

Stanovení hustoty

K měření hustoty pevných těles se používá následujícího postupu: Těleso se zváží a ponoří do kapaliny v odměrné nádobě. Naměřená hmotnost se vydělí objemem, o který kapalina v odměrné nádobě stoupla. Pozor na vyjádření ve správných jednotkách, nejlépe v g/cm³!

$\text{hustota (r)} = \text{hmotnost (m)} : \text{objem (V)}$

U kapalin, jsou-li k dispozici v dostatečném množství, je možno měřit hustotu hustoměrem. Prodávají se obvykle hustoměry pro látky těžší než voda, lehčí než voda a speciální hustoměry kalibrované již v procentuální koncentraci stanovované látky např. lihoměry nebo cukroměry.

Hustoměry jsou duté skleněné trubice na obou koncích zatavené. Spodní část je obvykle rozšířena a dole je zatížena olovem nebo rtutí, často má také vestavěný teploměr. Horní část přechází do dlouhé tenké trubky, která má uvnitř stupnici. Všechna měření pomocí hustoměru se musejí provádět při takové teplotě, při které byl hustoměr kalibrován. Měření pomocí hustoměru je poměrně jednoduché. Měřenou kapalinu nalejeme do dostatečně vysokého válce, temperujeme a pak do ní opatrně ponoříme hustoměr. Při odečítání musí hustoměr volně plavat a nesmí se dotýkat stěn ani dna. Při odečítání musí být oko ve výšce menisku a správný je údaj, který leží v jedné přímce s dolním okrajem menisku.

Příprava roztoků

Váhové procento

Koncentrace roztoku udává váhové množství rozpuštěné látky ve váhovém množství hotového roztoku. Váhové procento udává počet g složky ve 100 g roztoku. Např. 10% roztok chloridu sodného je roztok 10 g chloridu sodného v 90 g vody. Hustota vody je přibližně 1 g/cm³, proto lze přidat 90 ml vody. U velmi zředěných roztoků (asi do 1%), kdy je hustota roztoku blízká 1, lze naváženou látku doplnit vodou na 100 ml. Např. 1% roztok chloridu sodného se připraví tak, že 1 g soli se doplní na 100ml roztoku.

Při mísení kapalin se setkáváme také s údaji poměrnými např. vodný roztok kyseliny sírové 1 : 2 nebo 1+2. Znamená to, že jeden objemový díl koncentrované kyseliny připadá na 2 díly vody.

Molární koncentrace

Molární koncentrace udává počet grammolekul látky na 1000ml roztoku. Grammolekula je molekulová hmotnost vyjádřená součtem atomových hmotností atomů v molekule a je vyjádřená v gramech. (Podle definice je grammolekula množství sloučeniny, v němž je obsažen stejný počet atomů jako ve 12 g nuklidu uhlíku ^{12}C .) Z uvedeného vyplývá, že v 1M roztoku různých látek je rozpuštěno různá hmotnost těchto látek

Například 1M roztok chloridu sodného se získá, dolije-li se 58.443 g soli vodou na 1000 ml.

Normální koncentrace

Normální koncentrace se v současnosti již nepoužívá. Udává počet gramekvivalentů látky na 1000ml roztoku. Gramekvivalent je dán podílem grammolekuly a chemického ekvivalentu, který závisí na reakci, jíž se molekula účastní. U acidobazických reakcí je např. dán počtem vodíkových nebo hydroxylových skupin v protolytu (tj. např. na sytnosti kyselin), u redoxních reakcí závisí na počtu přesunutých elektronů.

Zředovací pravidlo

Pravidlo slouží k výpočtu množství složek v případě, že se roztok připravuje z jiného roztoku. Otázka např. zní: Kolik je třeba přidat vody do 30% roztoku Porosilu, abychom získali 1 l 20% roztoku? Podle zředovacího zákona je součin objemu a koncentrace před zředěním roven součinu objemu a koncentrace po smísení. Princip zákona spočívá v tom, že množství rozpuštěné látky je před ředěním i po ředění stejné (zákon o zachování hmoty).

Na počátku máme neznámý objem roztoku V_1 o známé koncentraci $c_1 = 0.3 \text{ gcm}^{-3}$ a na konci známý objem roztoku $V_2 = 1 \text{ l}$ o známé koncentraci $c_2 = 0.2 \text{ gcm}^{-3}$

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = (c_2 \cdot V_2) : c_1 = 1 \cdot 0.2 : 0.3 = 0.67 \text{ l}$$

Je třeba vzít 0.67 l 30% roztoku Porosilu a doplnit jej na 1 l vodou (tj. přidat 0.33 l vody), abychom získali 1 l 20% Porosilu.

Přepočet molární koncentrace na procentuální koncentraci

Máme 1M roztok hydroxidu sodného, kolika procentní je to roztok?

V 1M roztoku NaOH je na 1000 ml (1000g) 1 grammolekula tj. 39.9971 g NaOH

$$1\% = (1000 + 39.9971) : 100 \% = 10.399971 \text{ g}$$

$$\% = 10.399971 : 39.9971 = 0.26 \%$$

1M roztok NaOH je 0.26% roztok.

Přepočet ředění v obj. dílech na procentuální koncentraci

Kolika procentní je kyselina sírová, která je naředěna 2 : 3 ? Na počátku máme 1 obj. díl koncentrované kyseliny (u kys. sírové to je 96%, viz. kap. rozpouštědla ve skriptech) a 3 díly vody.

$$\% = (2 \cdot 0.96 : (2 + 3)) \cdot 100 = 38.4\%$$

Roztok má koncentraci 38.4%

Přepočet koncentrace vyjádřené v gl-1 na procentuální koncentraci

Máme roztok 20.4 g hydroxidu sodného na 1000 ml roztoku. Kolika procentní roztok to je? Hodnotu lze odhadnout při zjednodušení, že hydroxid sodný má zanedbatelný objem. Pak:

$$1\% = (1000 + 20.4) : 100 = 10.204 \text{ g}$$

$$\% = 20.4 : 10.204 = 1.999$$

Pro přesný výpočet je však nutno změřit hustotu roztoku (ρ). V tomto případě je hustota 1.0207 gcm⁻³ a přesný výsledek je 2%. Pro některé látky je podle hustoty již rovnou tabelována koncentrace a není tedy třeba nic počítat.

$$\% = (20.4 : \rho) \cdot 100 = 2$$

Příprava 1molárních roztoků kyselin a zásad

Mravenčí: 1M 4,5 ml konc. doplnit na 100 ml

Octová: 1M 5,9 ml konc. doplnit na 100 ml

Octová na Zn: 30%, na Cd 10%.

Dusičná: 1M 6,95 ml konc. doplnit na 100 ml

Solná: 2M 16,7 ml konc. doplnit na 100 ml

Sírová: 1M 5,8 ml konc. doplnit na 100 ml

Amoniak: 1M 7,5 ml konc. doplnit na 100 ml

Hydroxid sodný: 1M 4 g rozpustit a doplnit na 100 ml.

U těkavých chemikálií, jako je kyselina chlorovodíková a amoniak platí uvedené odměřování jen pro relativně čerstvé a krátkou dobu otevřené lahve. I u hydroxidu sodného záleží na tom, jak dlouho je láhev otevřena, neboť hydroxid reaguje se vzdušným oxidem uhličitým a obsahuje pak značné množství uhličitanu sodného. Pro analytická stanovení je nutno skutečný obsah účinné látky zjistit titrací.

Přepočet hustoty vyjádřené ve stupních Baumé (Bé) na SI jednotky

Stupně Baumé jsou mírou hustoty (specifické hmotnosti) roztoků

pro kapaliny lehčí než voda:

hustota (v gcm⁻³) = 140 : (Bé + 130)

pro kapaliny těžší než voda

hustota (v gcm⁻³) = 145 : Bé

Nasycený roztok

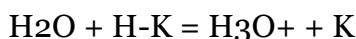
Nasycený roztok je roztok obsahující maximální množství rozpuštěné látky za dané teploty. Rozpustnosti tj. počty gramů látky na litr nasyceného roztoku jsou pro mnoho sloučenin tabelovány v běžných chemických tabulkách. Díky tomu však, že v naprosté většině případů rozpustnost stoupá s teplotou, je možno nasycený roztok připravit tak, že se do vody nasype odhadem určité množství sloučeniny, voda se zahřeje a všechna pevná látka se v ní rozpustí. Roztok pak zchladne, přebytečná látka vykrystalizuje a nasycený roztok se zfiltruje.

V případě, že potřebujete zjistit rozpustnost soli pro teplotu, která není tabelována, je možno vynést hodnoty do grafu, proložit body křivku a získat žádanou hodnotou interpolací.

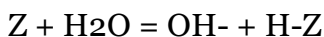
Měření kyselosti

Kyselina je obecně definována jako látka schopná odštěpovat protony (neboli vodíkové kationty H⁺) v přítomnosti zásady a zásada jako látka schopná protony v přítomnosti kyseliny přijímat.

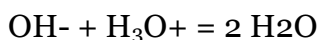
Ve vodném prostředí to znamená, že kyselé látky K vytvářejí hydroxoniové kationty H₃O⁺ následující disociační reakcí:



a zásadité látky Z vytvářejí hydroxylové anionty OH⁻ disociační reakcí následující:

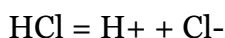


Měření kyselosti je určování koncentrace hydroxylových kationtů H₃O⁺ ve vodném prostředí. V čisté vodě se vedle neutrálních molekul H₂O vyskytují i ionty H₃O⁺ a OH⁻ a to ve shodné koncentraci rovné 10⁻⁷ mol·l⁻¹. V případě, že se ve vodě ocitne zásada, přibude iontů OH⁻ a tím iontů H₃O⁺ ubude následující reakcí:



V případě, že se ve vodě ocitne kyselina, obdobně přibude iontů H₃O⁺ a iontů OH⁻ ubude. Součet jejich koncentrací však bude stále stejný a i když budou převládat anionty, kationty nikdy zcela nevymizí. Proto je možno měřit jen koncentraci kationtů. Koncentrace hydroxoniových kationtů H₃O⁺ se značí pH a pro snazší číselné vyjádření se používá záporně vzatý logaritmus této hodnoty (7 místo 10⁻⁷). Činí 1-7 pro kyseliny, 7-14 pro zásady a 7 pro vodu a neutrální látky.

pH vodného roztoku ovlivňují nejen kyseliny a hydroxidy (protolyty), ale i jejich anorganické soli a různé organické látky. Obecně lze říci, že silné protolyty již v malém množství způsobují limitně vysokou či nízkou koncentraci kationtů H₃O⁺ tedy limitní pH a jejich protolytická mohutnost se porovnává na základě disociační konstanty. Disociační konstanta udává do jaké míry je látka ve vodném roztoku disociována, tedy rozdělena na anionty a kationty. Příklad disociační reakce:



Disociační konstanta se vypočítá z poměru koncentrací disociované formy

(H⁺ + Cl⁻) a nedisociované formy HCl. Čím je kyselina či hydroxid disociovanější, tím je acidobazicky aktivnější (silnější). Disociační stupeň silných kyselin bývá v roztocích desetinomolárních asi 95%, zatímco kyseliny a zásady slabé jsou disociovány jen z několika procent.

Přehled kyselin

Velmi silné kyseliny: kyselina jodovodíková > bromovodíková > chlorovodíková.

Silné kyseliny: kys. dusičná = kys. manganistá > kys. dvojchromová > kys. bromičná = kys. jodičná > kys. fosforečná > kys. sírová.

Střední kyseliny: kys. fluorovodíková = kys. dusitá = kys. manganatá = kys. sirovodíková = kys. siřičitá = kys. chlorná.

Slabé kyseliny: kys. octová > kys. šťavelová > kys. mravenčí > kys. boritá = kys. bromná = kys. kyanovodíková > sirovodík > kys. uhličitá.

Velmi slabé kyseliny: kys. orthokřemičitá > kys. hlinitá = kys. metakřemičitá = peroxid vodíku > kys. olovnatá.

Přehled zásad

Velmi silné zásady: hydroxid sodný > hydroxid draselný > hydroxid lithný > amoniak

Střední zásady: hydroxid barnatý > hydroxid kademnatý > hydroxid vápenatý > hydroxid hořečnatý > soda > hydroxid manganatý > hydroxid olovnatý.

Slabé zásady: hydroxid kobaltnatý = hydroxid železnatý = hydroxid zinečnatý = hydroxid měďnatý > hydroxid amonný = hydroxid nikelnatý

Velmi slabé zásady: hydroxid hlinitý > hydroxid chromitý > hydroxid železitý

Příprava roztoků silných kyselin a zásad

Roztok silné kyseliny o koncentraci 0.1N má kyselost pH 1

Roztok silné kyseliny o koncentraci 0.01N má kyselost pH 2

Roztok silné kyseliny o koncentraci 0.001N má kyselost pH 3

Roztok silné zásady o koncentraci 0.1N má kyselost pH 13

Roztok silné zásady o koncentraci 0.01N má kyselost pH 12

Roztok silné zásady o koncentraci 0.001N má kyselost pH 11

Stanovení hodnoty pH

Hodnota pH se určuje buď acidobazickými indikátory nebo potenciometricky (pH metrem). Acidobazické indikátory jsou organické látky, jejichž barevnost se mění s jejich disociací v různě kyselém prostředí nebo při přechodu na různé izomerní formy (formy o stejném sumárním a různém strukturním vzorci). Změna barevnosti citlivě určuje pH. např. bromfenolová modř přechází v rozmezí 3 a 4.6 pH ze žluté do modré, lakmus je v zásaditém prostředí modrý, v kyselém prostředí červený, fenolftalein je v kyselém prostředí bezbarvý, v zásaditém růžový. Universální indikátory obsahují směsi indikátorů a lze je použít pro určení každého pH ve vodném prostředí. Takto jsou připraveny pH papírky, které je možno koupit, nebo je možno si připravit směs vlastní.

Tab. Universální indikátor Rodier

0.1 g fenolftaleinu, 0.3 g dimethylové žluti, 0.2 g methylové červeně, 0.4 g bromthymolové modře, 0.5 g thymolové modře. Všechny indikátory se rozpustí v 500 ml ethanolu. Do roztoku se přidá několik kapek roztoku hydroxidu sodného do vzniku žlutého zbarvení.				
pH 2	pH 4	pH 6	pH 8	pH 10
červená	oranžová	žlutá	zelená	modrá.

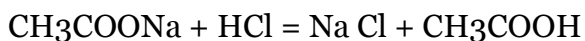
Tab. Universální indikátor

0.04 g methylové oranže, 0.12 g alfa naftolftaleinu, 0.02 g methylové červeně. Indikátory se rozpustí ve 100 ml 70% ethanolu.					
pH 1	pH 4	pH 5	pH 7	pH 9	pH 10
sv. růžová	růžová	oranžová	žlutozelená	tmavozelená	fialová

Tlumivé roztoky (pufry)

Pufry slouží k udržování přibližně konstantního pH prostředí při různých reakcích. Jsou to roztoky slabých kyselin a jejich solí či slabých zásad a jejich solí. Podle tabulek lze namíchat pufr o definované hodnotě pH a tyto roztoky udržují pH i po přidání menšího množství cizích acidobazicky aktivních látek. Disociace kyseliny (zásady) je potlačena přítomností její soli, takže platí čím větší je koncentrace soli, tím je pH neutrálnější. Po přidavku silné kyseliny (silné zásady) dojde k vytěsnění slabé kyseliny (slabé zásady) z její soli. Uvolněná kyselina (zásada) je natolik slabá a její disociace je natolik potlačena, že se pH téměř nezmění. Pufry se používají k udržování přibližně konstantního pH u reakcí, jejichž produkty mají tendenci kyselost měnit.

Příklad: Působení pufru získaného smíšením kyseliny octové CH_3COOH a octanu sodného CH_3COONa . Při přidání silné kyseliny vzniká neutrální sůl a slabá kyselina.



Tab. Univerzální pufr Britton-Robinson

4.9g 80% H_3PO_4 , 2.4g CH_3COOH a 2.744g H_3BO_3 na 1000 ml roztoku a proměnné množství 0.2M NaOH. V následující tabulce je uvedeno, kolik ml roztoku NaOH je nutno přidat, aby měl pufr stanovené pH. (Celkový objem roztoku i s hydroxidem se vždy doplňuje vodou na 1000ml.)											
ml 0.2M Na OH	0	17.5	22.5	35	42.5	52.5	60	67.5	77.5	82.5	100
pH	1.81	2.87	3.78	5.02	6.09	7	7.96	8.95	9.91	10.88	11.98

Měření teploty a vlhkosti

K měření teplot v chemické laboratoři se používají hlavně teploměry kapalinové a termočlánky. U kapalinového teploměru se určuje teplota na základě tepelné roztažnosti kapaliny. Nejčastěji se používá rtuť, která je tekutá v rozmezí -38 až 357°C . Nesmáčí sklo a má konstantní koeficient tepelné roztažnosti. Pro měření nízkých teplot se používají méně přesné teploměry lihové.

Pro měření vyšších teplot se používají rtuťové teploměry naplněné pod tlakem dusíkem (do 6750°C) nebo termočlánky. Termočlánek je v podstatě dvojice drátů z různých kovů spojených na obou koncích. Jeden spoje je obvykle pevný svár, tuhé volné konce jsou spojeny přes měřicí přístroj. Je-li teplota obou spojů různá, prochází touto soustavou elektrický proud, jehož napětí závisí na kvalitě drátů a rozdílu teplot. Napětí je tedy úměrné teplotě a je možno ho měřit pomocí vhodného milivoltmetru.

Absolutní vlhkost udává počet gramů vody přítomných ve formě vodní páry v 1m^3 vzduchu. Relativní vlhkost udává kolik procent to je z nejvyšší možné koncentrace, kdy je vzduch vodní parou nasycen. (Udává-li se však relativní vlhkost pevného materiálu, míní se tím množství obsažené vody vztažené na hmotnost vysušeného materiálu.) Čím vyšší je teplota vzduchu, tím více vodní páry je schopen pojmout, proto je-li vlhký vzduch ohřát, jeho relativní vlhkost klesne, ačkoli absolutní zůstává nezměněna. Relativní vlhkost vzduchu je na rozdíl od absolutní vlhkosti ukazatelem rychlosti vypařování vody a ukazatelem sorpce vody pevným materiálem. Čím je relativní vlhkost vyšší, tím více vodní páry vzduch obsahuje, tím pomalejší je vypařování a tím více vlhkosti obsahují pevné materiály. Změny relativní vlhkosti vzduchu s teplotou při konstantní absolutní vlhkosti udává graf (viz). Hodnoty vlhkosti jsou důležité pro kontrolu klimatu ve výstavních prostorách, depozitářích a ateliérech a ovlivňují objemové změny materiálů, zvláště dřeva a textilu (viz kapitola o klimatu).

Rosný bod je teplota, kdy je vzduch zchlazen tak, že dosáhne 100% relativní vlhkosti a při dalším chlazení se začne přebytečná voda vylučovat. Typickým případem je v létě srážení rosy na trávě. Letní teplý vzduch o velké absolutní vlhkosti ale nízké relativní vlhkosti je při zemi zchlazen natolik, že relativní vlhkost dosáhne 100% a část vody přejde do kapalného stavu. Totéž je příčinou mlžení oken a tvorby námrazy v zimě. Kolísá-li v depozitáři teplota natolik, že se část vlhkosti při zchlazení sráží, stéká po vitrínách a regálech voda, která může sbírky vážně poškodit. Dalším známým úkazem je, že v zimě klesá v místnostech vlhkost vzduchu až na 20%. Je to způsobeno tím, že zimní chladný vzduch má nízkou absolutní vlhkost a dostane-li se do vytápěné místnosti, relativní vlhkost se prudce sníží.

Vlhkost se měří psychrometrem nebo méně přesně vlasovým hygrometrem. Psychrometr se sestává ze suchého teploměru a teploměru vlhčeného vodou vzlínající po vatě. Vlhký teploměr je

tím chladnější, čím rychleji se voda z vaty vypařuje. Z rozdílu teplot se pak podle tabulek určuje relativní vlhkost.

Vlasový hygrometr využívá hygroskopicity vlasů, které mění svou délku podle množství absorbované vody. Hygrometr se musí kalibrovat každé dva nebo tři měsíce, aby se eliminovaly chyby vzniklé trvalou deformací vlasu. Ke kalibraci se používá obvykle psychrometr.

Pomůckou při odhadu vlhkosti jsou různé hydráty chloridu kobaltnatého. Papír napuštěný chloridem kobaltnatým má za sucha modrou barvu a s narůstající vlhkostí se barví do fialova až do růžova. Barevnou stupnici lze rovněž kalibrovat psychrometrem.

Tab. Barevnost hydrátů chloridu kobaltnatého

CoCl_2	bledě modrý	$\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	růžovofialový
$\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	modrofialový	$\text{CoCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	červený
$2\text{CoCl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	tmavomodrofialový	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	růžový

Některé nasycené roztoky solí jsou s to udržovat v uzavřeném prostoru stabilní vlhkost vzduchu. Je-li vzduch vlhčí, než je rovnovážná hodnota, přechází pára do roztoku a rozpouštějí se další krystalky soli. V opačném případě se voda z roztoku vypařuje a sůl se vysráží. Tímto způsobem lze udržovat stálou vlhkost ve výstavních vitrínách.

Tab. Relativní vlhkost vzduchu

Nad nasycenými roztoky některých solí při 20°C

MgCl_2	34%
KCr_2O_7	52%
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	56%

KBr	58%
NaNO_2	66%
NaCl	74%

Nad nasyceným roztokem MgCl_2 při různých teplotách

10°C	15°C	20°C	25°C	30°C
58%	56%	55%	53%	52%

Měření tlaku

K měření tlaku plynů slouží manometry různé konstrukce. V chemické laboratoři se nejčastěji používají manometry kapalinové a pružinové. V kapalinovém manometru se měří tlak pomocí výšky sloupce kapaliny působící proti tlaku plynu. Pro měření malých tlaků jsou vhodnější kapaliny s menší hustotou, např. voda, glycerin aj.

Na měření vyšších tlaků např. v tlakových lahvích na plyny se používají manometry s pružnou ohnutou trubicí nebo s pružnou membránou, tzv. manometry pružinové, u kterých se tlakový

účinek z ohnuté trubičky nebo membrány přenáší ozubeným soukolím na ručičku ukazatele. Tlak ovzduší se měří speciálně upravenými manometry, tzv., barometry.

Zahřívání

Zahřívání patří mezi důležité základní operace používané v chemické laboratoři. Nejobvyklejším zdrojem tepla pro práce za vyšších teplot je plynový kahan. Na podstavci je přišroubován směšovač s nátrubkem, na spodní části směšovače je nasazena clona s kruhovými otvory, jejímž otáčením se reguluje přísávání vzduchu. Plyn se do směšovače přivádí tryskou. K provozu kahanu je možno bezpečně používat jen takový plyn, na který je kahan konstruován (zemní plyn, svítiplyn, propan-butan). Nad ústím směšovací trubky je možno pozorovat vnitřní redukční kužel, který obsahuje směs nespáleného plynu a vzduchu. Tato část plamene je prakticky studená. Plášť vnitřního kužele svítí slabě namodralým světlem. Nejvyšší teplota a tedy i nejvhodnější část plamene pro zahřívání je nad svítící redukční částí, v tzv. vnějším nesvítivém obalu (oxidační částí).

Uzavřeme-li vzduchové otvory směšovače, přestane se plyn mísit se vzduchem a plamen se stane svítivým a málo teplým. Specifické nebezpečí zejména u kahanů na svítiplyn je tzv. hoření uvnitř nebo zaskočení plamene. Nastává při nadbytku přísávaného vzduchu, ke kterému může dojít při manipulaci s regulací vzduchu, přivření přívodu plynu (kohoutem nebo stlačením hadice). Plamen přeskočí až do ústí trysky uvnitř kahanu, což se projeví syčením a nejprve namodralým po chvíli až zelenavým zbarvením plamene. Kahan se silně zahřívá a může dojít i k utavení přívodní hadice. Kahan je nutno zhasnout, seřídít poměr vzduchu a plynu, nechat zchladnout (pozor na horké těleso kahanu) a znovu zapálit. Při použití zemního plynu je toto nebezpečí vzhledem k menší rychlosti hoření malé. Pro běžné laboratorní práce se volí nejčastěji kahan Bunsenův, Tecluho a Meckerův. V případě Bunsenova a Meckerova kahanu je na vnější straně trubice otáčivá kruhová objímka s otvory pro regulaci přívodu vzduchu. Tecluho kahan má vlastní regulaci přívodu plynu do trysky i vzduchu. Je výkonnější nežli Bunsenův. Meckerův kahan má na konci mísící trubice mřížkový rošt, který rozkládá vnitřní kužel plamene na řadu menších kuželíků. Tím se zmenší objem plamene, plamen se rozšíří a docílí se vyšší a stejnoměrnější teploty (1600 - 1700°C). Složitější sklářské úkony se provádějí pomocí sklářských dmychadlových kahanů, jejichž teplota plamene dosahuje až 2000°C.

Kádinky, baňky a porcelánové misky nezahříváme přímým plamenem kahanu, neboť mohou prasknout v důsledku místního přehřátí. Zahřívám je buď na železných sítkách s kruhovou azbestovou vložkou, které zaručují rovnoměrnější rozvod tepla, nebo je zahříváme na lázních. Příkladem jednoduché lázně pro vyšší teploty je lázeň písečná, která je tvořena železnou mísou zespoda zahřívanou, na kterou je postavena baňka spočívající na vrstvě písku a ze stran ve své spodní části rovněž obsypána pískem.

Z kapalinových lázní je běžná lázeň vodní, které lze použít pro teploty až po 100°C. Improvizovaná vodní lázeň se skládá z hrnce s vroucí vodou, do které je ponořena vlastní ohřívaná nádoba. Vodní lázeň zabezpečuje rovnoměrný ohřev, teplotu nepřekračující 100°C a je bezpečnější při zahřívání hořlavin a skleněných nádob. Pro dílenské použití se prodávají hrnce s dvojitým pláštěm, do kterého se napustí voda. Pro laboratoře se dodávají míchané vodní lázně opatřené termostatem, míchadlem a kruhovými otvory pro vsazení baněk. Tyto lázně se využívají k temperování na přesnou teplotu. Charakter lázně mají i topná hnízda, polokulové sítky z nehořlavého textilu elektricky vyhřívané. Jsou bezpečné a převod tepla mezi hnízdem a baňkou o určitém objemu je velmi dobrý. Lázně silikonového oleje umožňují zahřívání na teplotu 250 až 280°C. Lázeň plníme tak, aby při zahřívání nepřetekla, neboť olej značně zvyšuje zahřátím svůj objem, a umísťujeme do ní teploměr, aby se nepřehřála a nerozložila. Do oleje se nesmí dostat voda, protože by při zahřívání mohla vypěnit. Stane-li se tak, musí se opatrně po několik hodin zahřívát na 100°C, aby se voda odpařila. K zahřívání těkavých rozpouštědel (např. éther) při destilaci nebo při reakci lze

použít infralampu (Solux). K rovnoměrnému zahřívání větších reakčních prostorů se používá elektrických pecí trubkových, kelímkových nebo muflových.

Chlazení

Nejčastěji se v laboratoři používá chlazení tekoucí vodou buď tak, že se po baňce nechá stékat, nebo je vedena vnějším pláštěm, jak je tomu u destilačních a zpětných chladičů. K chlazení na 0°C používáme ledu, pod tuto teplotu musíme použít chladicí směsi, což jsou směsi tlučeného ledu s roztokem soli. Aby se chladicí možnosti směsi dokonale využily, musí být led jemně tlučený. V následující tabulce jsou uvedeny některé směsi a nejnižší dosažitelná teplota. Chladicí směsi mají určité nevýhody. Musejí se navažovat a poměrně rychle se spotřebují. Velmi rozšířené je používání tuhého oxidu uhličitého, tzv. suchého ledu. Protože je špatným vodičem tepla a jeho styk se stěnami není dokonalý, připravujeme z něho různé chladicí lázně pomocí organických rozpouštědel. S ethanolem se dosahuje teploty až -80°C, s acetonem až -86°C a s etherem až -90°C. Jako nádob pro přípravu těchto lázní je výhodné používat širokohrdlých Dewardových nádob (termosek).

Tab. Chladicí směsi

Sůl	díly ledu (hm.)	díly soli (hm.)	dosažitelná teplota
Chlorid amonný	100	25	-15°C
Chlorid sodný	100	33	-21°C
Dusičnan sodný + dusičnan amonný	100	55 + 52	-26°C
Dusičnan sodný + rhodanid amonný	100	55 + 40	-37°C
Chlorid vápenatý. 10 aq	61	100	-39°C
Chlorid vápenatý. 10 aq	70	100	-55°C

Sušení a odpařování

K dokonalému vysušení malého množství látky se používají exsikátory. Jsou to zařízení, ve kterých se uchovává sušená látka nad silně hygroskopickou sloučeninou. Jako sušidlo se používá koncentrovaná kyselina sírová, bezvodý chlorid vápenatý, chloristan hořečnatý, oxid fosforečný, oxid vápenatý, hydroxid draselný, hydroxid sodný nebo dehydrovaný silikagel (silikagel vyžíhaný v sušárně). Pro urychlení sušení lze exsikátor také evakuovat.

V laboratořích se k sušení používají také různé konstruované sušárny. Nejčastěji bývají skříňové, elektricky vyhřívané s automatickou regulací teploty, obvykle v rozmezí 20 až 200°C. Sušenou látku klademe ve vhodné nádobce na děrovanou lísku, sušárnu uzavřeme a nastavíme vhodnou sušicí teplotu. Takto sušíme látky, které snesou vyšší teplotu bez porušení krystalového tvaru a bez oxidace.

Sušení nevodných kapalin se provádí nejčastěji v uzavřených lahvích nebo v dělicích nálevkách přímým stykem vlhké kapaliny se sušivem za občasného protřepání. Použité sušivo nesmí sušenou kapalinu rozkládat nebo s ní reagovat. Pro odstraňování vody se používá bezvodý síran měďnatý, oxid vápenatý, chlorid vápenatý a další.

Odpařováním se obvykle koncentrují roztoky netěkavých látek v těkavých rozpouštědlech. Odpařování se používá jednak k zahušťování roztoků, jednak k úplnému oddělení tuhé látky z roztoku. V praxi se roztoky obvykle odpařují při teplotě blízké bodu varu rozpouštědla a vznikající páry se nechávají volně unikat do atmosféry nebo se kondenzují pomocí chladiče. Odpařování je tím rychlejší, čím je větší odpařovací plocha, čím vyšší je teplota, čím nižší je tlak a čím rychleji se odstraňují páry odpařované kapaliny.

Odpařování provádíme na odpařovacích miskách zahřívaných na vodní lázni. Odpařování značně urychlí, jestliže se páry rozpouštědla vhodným způsobem odstávají. Je ale třeba pamatovat, že když se uvolňují zdraví škodlivé páry, je nutné provádět odpařování v digestoři.

Destilace a příprava deionisované vody

Destilace je nejpoužívanější metodou čištění kapalných látek a dělení kapalných směsí o různém bodu varu. Destilací lze oddělit těkavější látku od méně těkavé a zároveň zjistit teplotní rozmezí varu destilované kapaliny. Bod varu kapaliny s tlakem klesá. Předpokladem úspěšné destilace je, aby destilovaná látka byla stálá při teplotě, při níž ji převádíme v páru. Čím kapalina vře v užším teplotním intervalu, tím zpravidla bývá čistší. Podle způsobu provedení destilace rozeznáváme prostou čili jednoduchou destilaci, při které jímáme celý destilát do jedné nádoby, zatímco při frakční destilaci (frakcionaci) dělíme destilát podle teploty varu na několik částí (frakcí). Podle tlaku v destilační aparatuře mluvíme o destilaci za atmosférického tlaku nebo o destilaci za sníženého tlaku čili o vakuové destilaci. Rektifikace je průmyslový způsob destilace, kdy se část destilátu vrací (reflux) do varné nádoby a jímají se jednotlivé frakce. Dosáhne se tím čistšího produktu.

Za atmosférického tlaku destilujeme organické látky, které se převáděním v páry nerozkládají. Jednoduchou destilaci provádíme tehdy, jde-li o znečištěnou chemickou látku, jako jsou výchozí suroviny technické kvality. Destilační aparatura se sestává z varné části - kulaté varné baňky (nikdy ne baňky s plochým dnem), kondenzační části (chladiče) a jímadla. Lze použít zábrusovou aparaturu, v případě nutnosti i nezábrusovou aparaturu, kterou je však třeba dobře utěsnit. Vůbec nejjednodušší soustavou je kolona s dostatečně dlouhým vzduchovým chladičem, který nevyžaduje ani přívod vody. Teploměr pro měření bodu varu je ve frakční baňce umístěn centricky uprostřed hrdla a tak hluboko, aby kulička se rtutí byla v místě odvodu par kapaliny postranním tubusem do chladiče, a byla tak dostatečně omývána parami vroucí kapaliny. Umístění teploměru níže má za následek jeho styk s přehřátými parami. Odečtená teplota je pak o něco vyšší, než bod varu látky. V opačném případě, je-li teploměr umístěn výše, není banička se rtutí dostatečně omývána parami vroucí kapaliny a měřená teplota je nižší, než skutečná teplota par.

Při destilaci z frakční baňky používáme pro kapalný vroucí nad 150°C chladiče s vodním chlazením, pro kapaliny níževroucí vzdušný chladič. Abychom zamezili ztrátám těkavých látek, odvádíme zkondenzovanou kapalinu z chladiče do jímadla nástavcem - alonží. Jímadlo má mít úzké hrdlo, aby se dosud teplá kapalina příliš nevypařovala, a soustava musí být spojena s atmosférou. Je-li alonž pevně spojena s produktovou lahvíčkou, musí mít postranní tubus otevřený do atmosféry. Průtok chladicí vody je třeba seřadit tak, aby chlazení bylo dostatečné a nedocházelo ke ztrátám destilované látky nedostatečnou kondenzací. Průtok je třeba stále kontrolovat, neboť tlak vody často kolísá. Nízkovroucí kapaliny jako éther se destilují vždy z vodní lázně opatřené teploměrem, chladič se důkladně chladí a unikající páry z alonže se vedou hadičkou k zemi nebo do výlevky (jsou těžší než vzduch). Tímto způsobem lze odvětrávat aparatury i při destilaci jiných

rozpouštědel, nemáme-li k dispozici digestoř. U nezábrusových aparatur nelze používat špunty z materiálů bobtnajících v uvedeném rozpouštědle, proto jsou nejlepší špunty korkové.

Destilační aparaturu sestavujeme z úměrně velkých součástí vzhledem k množství destilované látky a varnou baňku plníme do dvou třetin, maximálně do tří čtvrtin objemu, neboť kapaliny při varu zvyšují svůj objem a pění. Po sestavení aparatury vhodíme varný kamínek do baňky, překontrolujeme, teče-li voda do chladiče a pozvolna zahříváme na síťce, vodní lázni nebo nejlépe na topném hnízdě. Po uvedení kapaliny do živého varu vyhřívají stoupající páry prostor nad destilovanou kapalinou a nakonec vystoupí ke kuličce teploměru. Pak sloupec rtuti začne stoupat a zastaví se na určité hodnotě. Necháme obvykle malou část par zkondenzovat a propláchneme jimi chladič, alonž a jímáme je jako přední frakci (předek) do jiné baňky. Pak jímáme hlavní podíl destilátu. Před koncem destilace začne někdy teplota na teploměru klesat v případě, že nenavazuje další frakce a přechodně stoupá malé množství par. Jindy začne ihned stoupat, jak se destiluje další látka s vyšším bodem varu. V tomto okamžiku destilaci přerušíme odstavením tepelného zdroje. V destilační baňce zbývá destilační zbytek. Při destilaci málo těkavých látek tepelně izolujeme vzestupnou část chladiče azbestovým provázkem, hliníkovou fólií nebo skelnou vatou.

K regulování bodu varu kapaliny při destilaci používáme tzv. varný kamínek, který vhazujeme do kapaliny před započetím destilace. Je to kousek (2-4 mm) porézní hmoty, nejčastěji úlomek nepolévaného porcelánu, na jehož povrchu se při zahřívání plynule uvolňují páry kapaliny. Destilovaná látka se tímto způsobem neustále promíchává a rovnoměrně se celý obsah baňky při tom zahřívání. Přitom vznikají páry destilované kapaliny a nedochází tak k lokálnímu přehřátí, tzv. utajenému varu. Utajený var je stav, kdy se páry kapaliny uvolňují pouze z povrchu klidné hladiny, kapalina se snadno přehřeje nad bod varu a pak se sebemenším impulzem část obsahu baňky naráz přemění na páry a prudce vykypí. Kapalina v nejlepším případě přeběhne do chladiče a znečistí destilát. V nepříznivém případě vyrazí teploměr a je-li hořlavá, snadno se vznítí. Zpozorujeme-li utajený var v baňce, nikdy nevhazujeme kamínek dodatečně, ale odstavíme zdroj tepla a v bezpečí vyčkáme, až kapalina zchladne. V případě, že jsme destilaci přerušili, musíme před jejím pokračováním vhodit do baňky nový kamínek s aktivním povrchem.

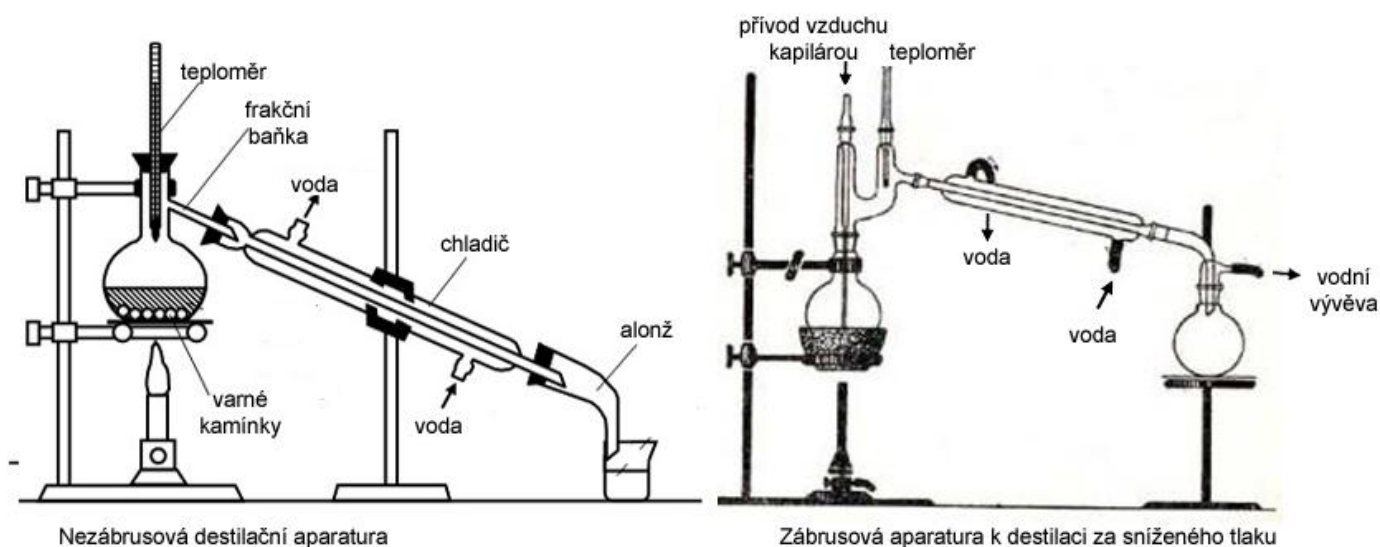
Principem frakční destilace je ta skutečnost, že zahříváním směsi látek o různých bodech varu jsou páry destilovaných látek nad kapalinou vždy bohatší o těkavější složky. Tím, že páry oddestilováváme, obohacuje se pára postupně těkavými složkami. Účelem frakční destilace je rozdělit směs látek různého bodu varu, podmínkou je však dostatečná rozdílnost těchto teplot tj. 35 až 40°C. Rozdělit nelze rovněž tzv. azeotropické směsi, směsi s jedním bodem varu. V případě, že rozdílnost bodů varu je malá, směsi se dělí rektifikací, při které se část kondenzátu vrací do varné baňky.

Destilace za sníženého tlaku se provádí u sloučenin, které se při bodu varu za normálního tlaku rozkládají nebo se na vzduchu oxidují. Měření vakua se provádí zkráceným rtuťovým manometrem vhodným pro oblast do 5 mm Hg. Odhadem lze určit bod varu za sníženého tlaku vyvozeného vodní vývěvou aplikací empirického pravidla, že látky vroucí při atmosférickém tlaku v rozmezí 150-250°C vrou za tlaku cca 10 mm Hg o 100°C až 120°C níže. Pro regulaci varu při vakuové destilaci se používá kapiláry. Je to silnostěnná trubička na konci zúžená a vytažená v kapiláru. Je připojena k varné baňce tak, aby sahala doprostřed baňky a nepatrně nad dno. Nasává se jí do destilované kapaliny proud bublinek vzduchu, kterými se kapalina při zahřívání míchá a plynule vaří. Dobrá kapilára má poskytovat řídký pravidelný proud jemných bublinek. Při vakuové destilaci zásadně používáme baňku s kulatým dnem a vůbec je třeba mít na paměti, že tlak na čtvereční centimetr plochy se pohybuje při této operaci okolo 1 kg. Při volbě nevhodných součástí aparatury hrozí imploze (opak exploze se stejnými účinky). Při hrozícím vztekání destilované kapaliny zaškrtneme hadici vakua opatrně ji pustíme po uklidnění varu.

Destilací s vodní parou čistíme látky ve vodě nerozpustné, které mají při jejím varu určitou tenzi par. Páry obou nemísitelných složek tvoří při destilaci azeotropickou směs, která má nižší bod varu než samotná voda. Lze tak při teplotě pod 100°C predestilovat látky s bodem varu až 300°C a

uchránit je před případným rozkladem. Přehánění vodní parou se používá, oddělujeme-li ze směsi nežádoucí olejovitou látku nebo naopak izolujeme olejovitý produkt. Aparatura na přehánění s vodní parou se skládá z vyvíječe páry, nástavce na přehánění, chladiče a jímadla. Do hrdla vyvíječe umístíme dlouhou trubici, která má funkci pojistky v případě ucpání nástavce nebo chladiče. Uváděnou parou je obsah varné baňky tak intenzivně promícháván, že proudy kapaliny stříkají až do hrdla. Proto je uváděcí trubice nástavce ohnuta, aby baňka mohla být upevněna v nakloněné poloze a kapalina nepřestříkávala do chladiče. V baňce kondenzuje část uváděné páry a objem směsi se neustále zvětšuje. Abychom tomu zabránili, zahříváme na síťce také destilační baňku a intenzivním zahříváním můžeme i objem původní kapaliny zmenšit. Jestliže přeháníme látku, která je při pokojové teplotě tuhá, její zkondezované páry zpravidla krystalují v chladiči. V takovém případě ještě před tím, než by mohlo dojít k ucpání chladiče, vytavíme krystaly tím způsobem, že do chladiče zastavíme na chvíli přívod studené vody. Horká pára brzy spláchne taveninu do jímadla a pak vodní chlazení opět zapojíme.

Obr. Destilační aparatura



Tvrdost vody

Destilací se čistí veškerá vody pro laboratorní použití nebo se alespoň používá voda změkčená. Voda se v přírodě nevyskytuje čistá, ale znečištěná solemi způsobujícími přechodnou tvrdost vody (hydrogenuhličitan vápenatý a hořečnatý) a trvalou tvrdost vody (sírany a chloridy). Přechodnou tvrdost lze odstranit převařením, po kterém se vyrazejí normální uhličitany, trvalá tvrdost se odstraňuje sodou nebo hydroxidem sodným, které rozpuštěné soli vysráží. Další způsob změkčování vody spočívá ve vmíchání přesně odměřeného množství kyseliny šťavelové do velkého objemu v nádobě s kohoutem ve spodní třetině. Do druhého dne se vysrážejí nerozpustné šťavelany kovů, převážně šťavelan vápenatý, hořečnatý, železnatý a manganatý a sedimentují u dna. Voda se vypouští z horních dvou třetin nádoby. Zatímco běžná vodovodní voda má 100 tvrdosti, takto získaná voda má jen 10, což stačí k většině restaurátorských účelů, nehodí se však pro analytické účely.

Stupnice tvrdosti vody

Německý stupeň tvrdosti vody (oněm.) je definován jako 1 mg CaO nebo 0.72 mg MgO rozpuštěný ve 100 cm³ vody

Francouzský stupeň tvrdosti vody (°franc.) 1 mg CaCO_3 (= 0.56 mg CaO) nebo 0.84 mg MgCO_3 (% 0.4 mg MgO) ve 100 cm³ vody

Anglický Clarkův stupeň tvrdosti vody (°Clark) 14.4 mg CaCO_3 v 1 l vody

Americký stupeň tvrdosti vody (°U.S.) bývá udáván v gránech na U.S. gallon a odpovídá 17.1 mg CaCO_3 v litru

1 °franc. = 0.56 °něm.

1 °Clark = 0.8 °něm.

1 °něm. = 0.96 °U.S.

Chemicky čistá voda se připravuje destilací případně redestilací (2x destilovaná) nebo filtrací na iontoměničích. Iontoměniče jsou syntetické pryskyřice schopné z vody zachycovat kovy a nahrazovat je vodíkovými ionty (katexy), nebo anionty nahrazovat hydroxylovými skupinami (anexy). Iontová výměna probíhá při pozvolném průtoku vody porézními volně sypanými kuličkami iontoměniče bez dodávky energie. Produkce takového zařízení je značná, musí být však stále v provozu. Po vyčerpání iontoměniče je nutno jej regenerovat promytím kyselinou resp. zásadou. Pro nárazovou výrobu deionisované vody je vhodnější destilační přístroj, který je ovšem energeticky náročný.

Stanovení bodu tání

Charakteristickou konstantou krystalických látek napomáhající jejich identifikaci je bod tání. U látek amorfních a u směsí je to interval měknutí. Bod tání je teplota, při níž jsou pevná a kapalná fáze látky v rovnováze. Znečištění způsobuje jeho podstatné snížení, proto je bod tání i kritériem čistoty známých látek. Chyba stanovení u běžných postupů je 0.5 - 1°C.

Nejobvyklejším způsobem je stanovení bodu tání látky ve skleněné kapiláře, kterou přichytíme k teploměru tak, aby její spodní zatavený konec se vzorkem byl asi uprostřed baničky se rtutí. Teploměr se vzorkem pak ponoříme do lázně, kterou zahříváme. Tenkostěnnou kapiláru pro stanovení bodu tání zhotovíme z čisté, chromsírovou směsí vymyté suché zkumavky. Kapiláru o světlosti asi 1 mm nařezeme na 5 cm dlouhé kousky, které na jednom konci zatavíme. Při vložení otevřeného konce kapiláry do plamene však může dojít v kapiláře ke kondenzaci vodních par, které vznikají při hoření plynu. Z tohoto důvodu je lepší nařezat z vytažené kapiláry kousky dlouhé asi 12 cm a ty pak v polovině přetavit. Připravené kapiláry uchováme v čisté uzavřené zkumavce.

Jednoduchý bodotávek snadno zhotovíme asi z 50 ml varné baňky s kulatým dnem naplněné ze dvou třetin n koncentrovanou kys. sírovou. Do té ponoříme zkumavku, kterou uchytkujeme tak, aby její dno bylo vzdáleno asi 1 cm ode dna baňky. Hladina kyseliny ve zkumavce a baňce má být přibližně na stejné úrovni. Do zkumavky pak umístíme pomocí zátky opatřené klínovým výřezem teploměr. Část suché látky (vlhkost působí jako nečistota), jejíž bod tání chceme stanovit, rozetřeme nerezovou špachtlí na porézní destičce a vzorek vpravíme do kapiláry. Upěchování látky v kapiláře dosáhneme buď opatrným sklepáváním nebo lépe tím, že necháme kapiláru padat suchou, alespoň 50 cm dlouhou skleněnou trubičkou postavenou na tvrdé podložce. Kapiláru, v níž je asi 3-5 mm vysoký sloupeček látky, přichytíme k teploměru ovlhčenému kyselinou sírovou. Jedná-li se o stanovení bodu tání látky snadno sublimující, je nutné kapiláru se vzorkem ještě zatavit. Po vložení teploměru do bodotávku umístěného na dobře osvětleném místě začneme se zahříváním. Zpočátku můžeme zahřívát poměrně rychle, avšak při dosažení teploty asi o 20°C nižší než je předpokládaný bod tání zkoumané látky, zahřívání zmírníme tak, aby teplota v okolí bodu tání stoupala rychlostí asi 1°C za minutu. Při nedodržení této podmínky docházíme ke zkresleným a ne zcela reprodukovatelným výsledkům. Určujeme teplotní interval, kdy se látka začala tavit a kdy zcela přešla v taveninu. Bodotávky, v nichž se jako náplně používá kyseliny sírové, nelze použít pro látky tající nad 250°C. Pro látky tající pod 100°C lze případně použít i vodu, náplní může být

také silikonový olej. Bod varu kyseliny sírové je sice vyšší, ale vlivem absorpce vzdušné vlhkosti časem klesá. Při stanovování bodu tání s kyselinou sírovou je třeba pracovat s ochrannými brýlemi.

Výše zmíněným nedostatkům se vyhneme při stanovení bodu tání v kovovém bloku. Hliníkový nebo měděný blok je opatřen otvory pro kapiláru se vzorkem, pro teploměr a otvory pro osvětlení a pozorování zkoumané látky. Zahřívání může být elektrické nebo kahanem, teplota však nesmí stoupat moc rychle, aby se blok rovnoměrně vyhřál. Pro práci s malými kvanty byly zkonstruovány speciální přístroje, kde je látka mezi dvěma krycími sklíčky položenými na elektricky vytápěném stolku pozorována při 50 až 100 násobném zvětšení mikroskopem. Teploměr bývá umístěn v postranním vývrtu plotýnky a rychlost zahřívání je ovládána regulačním odporem.

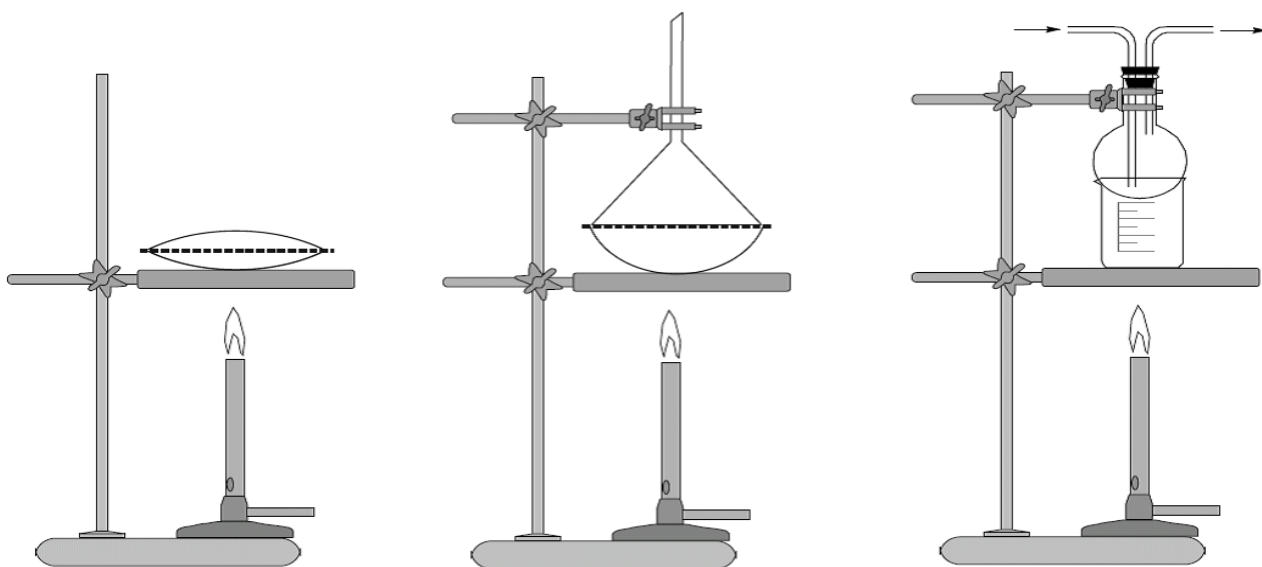
Bod varu se určuje ve výše popsaném bodotávku. Připravíme si dvě do sebe zasunutelné kapiláry na jednom konci zatavené. Do větší z nich dáme dvě kapky kapaliny a druhou do ní zasuneme. Při zahřívání se v menší bude rozpínat vzduch a v občasných bublinkách unikat do druhé kapiláry a míchat její obsah. V blízkosti bodu varu se stane řetěz bublinek nepřetržitým a objem kapaliny začne rychle stoupat. Bod varu se udává vždy zároveň s tlakem, při němž byl naměřen.

V současnosti existují digitální bodotávky pro profesionální užití, se kterými je práce daleko snazší.

Sublimace

Sublimace je děj, při kterém látka přechází z tuhého skupenství do plynného bez vzniku kapalné fáze. Páry vzniklé při sublimaci kondenzují na chladiči v tuhé fázi. Sublimaci můžeme provádět za obyčejného tlaku nebo za tlaku sníženého. Sublimaci urychlujeme jemným rozpráškovaním látky, zahřátím a snížením tlaku. Zahřívání je při tom třeba regulovat tak, aby se páry stačily na chladiči přeměnit v tuhou látku. Pro sublimaci za obyčejného tlaku můžeme použít velmi jednoduchých zařízení. Malá množství přesublimujeme z hodinového sklíčka malým plaménkem na druhé sklíčko, větší množství látek z nízké kádinky na dno chlazené nádoby, kterou je kádinka přikryta. Pro vakuovou sublimaci pak používáme aparatury, která se skládá ze sublimační nádoby s postranním tubusem k připojení na vakuum, do které se vkládá vhodně uspořádaný chladič systém, na kterém se usazuje přesublimovaná látka.

Obr. Sublimace



Filtrace

Filtrací se oddělují pevné částičky od kapaliny. Suspenze se leje na filtr, který póry propustí kapalinu a pevné částice zachytí. Rychlost filtrace je pak závislá na velikosti filtrační plochy, velikosti pórů, jakosti filtrované látky, viskozitě kapaliny a na přetlaku filtrované kapaliny. Nejběžněji se filtruje přes filtrační papír vhodné pórovitosti. Přes papír ovšem nelze filtrovat roztoky, které reagují silně alkalicky, které mají silné oxidační účinky (manganistan draselný), nebo které karbonizují organické materiály (koncentrovaná kyselina sírová). Ty je pak třeba filtrovat přes skleněnou fritu.

Velmi jemné sraženiny někdy přecházejí do filtrátu jako zákal. V takovém případě zakalený podíl filtrátu opět vrátím na filtr, kde se zpravidla již zachytí, neboť se dříve zachycenou sraženinou póry papíru zmenší.

Nejjednodušší způsob filtrace je filtrace za obyčejného tlaku, kdy suspenzi nalijeme na papírový filtr, který je ve skleněné nálevce a jímž filtrát protéká působením gravitace. Filtr zhotovíme tak, že z filtračního papíru odstříhneme čtverec, který složíme na čtyři díly a zastříhneme tak, aby po rozložení vzniklo kolečko. Filtr znovu složíme a vložíme do nálevky tak, aby pokryl plášť kužele a dosahoval asi půl centimetru pod okraj nálevky. Před vlastní filtrací filtr smočíme rozpouštědlem, aby přilnul ke stěnám nálevky.

Chceme-li filtraci urychlit a nepotřebujeme-li získat sraženinu kvantitavně (pro analytické stanovení), používáme skládaný (francouzský) filtr, který má větší filtrační povrch. Při přípravě skládaného filtru se vychází z kruhového nebo čtvercového kusu filtračního papíru, který se přeloží na polovinu a pak se skládáním vytvářejí jednotlivé záhyby, které směřují přibližně do středu kruhu. Záhyby nesmějí směřovat do jednoho bodu, protože je papír málo mechanicky pevný a filtr by se mohl po naplnění roztokem protrhnout. Postup zhotovení skládaného filtru je znázorněn na obrázku. Také skládaný filtr nesmí přesahovat přes okraj nálevky. Filtr by měl být vždy tak velký, aby sraženinou byl zaplněn maximálně do poloviny výšky. Filtrační nálevka s filtrem se vkládá do filtračního kruhu upevněného na stojanu tak, aby výtokový stonek nálevky zasahoval dovnitř kádinky a dotýkal se její stěny.

Roztok, který se má filtrovat, necháme napřed usadit a sléváme zpočátku čistý roztok, který se filtruje značně rychleji. Teprve s posledním podílem spláchneme na filtr sraženinu.

Promytou sraženinu odstraníme z filtru tak, že filtr z nálevky opatrně vyjmeme, rozevřeme a přiklopíme na hodinové sklíčko tak, aby se sraženina přilepila na stěnu sklíčka. Pak odstraníme nadbytečnou vodu z filtru pomocí odstřížku filtračního papíru a filtr ze sraženiny stáhneme.

Druhý často užívaný způsob filtrace je filtrace za sníženého tlaku. Tato filtrace je velmi účinná a je vhodná zejména pro filtraci krystalických sraženin. Odsávací zařízení se skládá z nálevky, nádoby na jímání filtrátu, pojistné nádoby a vývěvy. Nálevka je obvykle porcelánová (Büchnerova) nebo skleněná s fritou a do odsávací baňky je upevněna pomocí gumové zátky nebo podložky z pěnové gumy. Dírkované dno Büchnerovy nálevky pokryjeme kotoučkem filtračního papíru, který má být tak velký, aby právě pokryl všechny otvory dna. Pokud by byl papír větší, může se na stěně pokrčit a sraženina vnikne do filtrátu. Tubus odsávací baňky spojíme s vodní vývěvou. Spojení neprovedeme přímo, ale přes pojistnou láhev, která zabránit vniknutí vody do odsávací baňky při poklesu tlaku vody v potrubí. Modernější vodní vývěvy z umělé hmoty jsou vybaveny zpětnou pryžovou záklopkou, která má zabránit proniknutí vody do filtrátu. Ne vždy však zpětné ventily fungují spolehlivě.

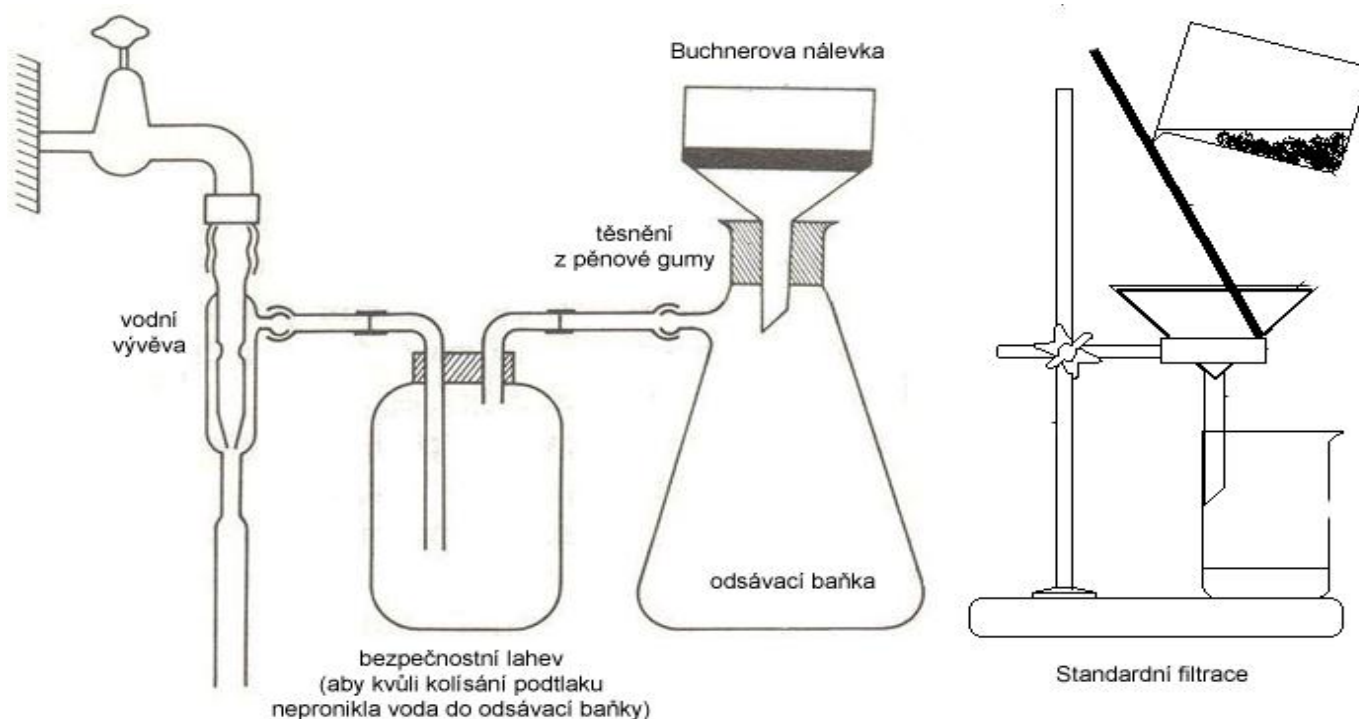
Před filtrací papír v nálevce navlhčíme, aby dobře přilnul na dírkované dno nálevky. Při filtrování nenecháme jednotlivé dávky kapaliny nikdy plně odtéci, neboť sraženina může popraskat a pak se špatně promývá. Promývací kapalinu přiléváme rovněž pomocí skleněné tyčinky nebo stříčkou.

Po ukončení odsávání nejprve odpojíme vakuovou hadci od odsávačky nebo zrušíme vakuum pomocí zavzdušňovacího kohoutu na pojistné láhvi. Pak teprve zavřeme přívod vody do vývěvy.

Místo Büchnerových nálevek se také používají fritové nálevky se zatavenou skleněnou pórovitou destičkou, tzv. fritou. Frity se vyrábějí s různě velkými póry, jejichž velikost je na nálevce vyznačená. Největší póry jsou označeny S-1, menší mají vyšší číslo, nejmenší je S-5.

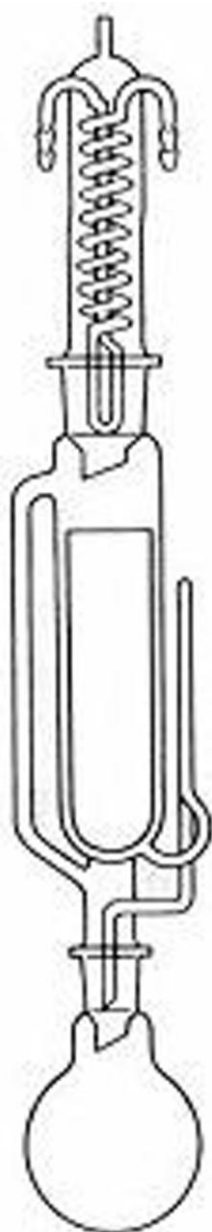
Při volbě postupu filtrace musíme vzít v úvahu, potřebujeme-li získat tuhou fázi v zahuštěné formě připravené k sušení nebo filtrát. Chceme-li získat sraženinu, pak dáme přednost podtlakové filtraci a rozměr Büchnerovy nálevky volíme podle množství sraženiny, které ve filtrované směsi odhadujeme.

Obr. Filtrace



Krystalizace

Krystalizace je proces, kdy se pevná látka vylučuje z roztoku v uspořádané krystalové formě. Je to proces využívaný k oddělování pevné látky a k jejímu čištění, neboť nečistoty při krystalizaci zůstávají v matečném louhu. Růst krystalů probíhá pomalu, nejlépe z nasyceného roztoku, na krystalizačních centrech, které tvoří nečistoty nebo aktivní místa na povrchu nádoby. Cílem je připravit co největší krystaly s co nejmenším počtem poruch, což indikuje malý počet nečistot. Krystalizace má probíhat ve středně teplém prostředí či přímo v chladu. Jednak kvůli odpařování rozpouštědla, které vede ke zvýšení rychlosti krystalizace a tvorbě drobných krystalků, jednak k omezení Brownova pohybu, který uspořádávání krystalické struktury ruší. Krystalizace se tedy provádí nejlépe v krystalizační misce přikryté hodinovým sklíčkem, do které je spuštěna nit, na které se začnou krystaly tvořit. Tvorbu velkých krystalů podporuje někdy malý přídatek peptidů, které zpomalují migraci částic ke krystalu. Matečný loup se nenechá vyschnout, ale odstraní se, až jsou krystaly dostatečně velké, a s ním se odstraní nečistoty. Krystaly se pak rychle promyjí studeným rozpouštědlem.



Soxhletův
extraktor

Extrakce

Extrakce je izolace látky ze směsi převedením do vhodného rozpouštědla. Nejjednodušší formou extrakce je vytřepání, kdy látka přechází v soustavě dvou nemísitelných kapalin z jedné do druhé. Nejčastěji se setkáme s tím, že vodnou fázi protřepeme s organickým rozpouštědlem, do kterého přejdou organické látky, a anorganické nečistoty zůstanou ve vodě. Vytřepávání se provádí v dělicích nálevkách kterážto práce je spojena s některými úskalími. Nejprve zkontrolujeme těsnost dělicí nálevky a volnou otáčivost kohoutu zátky v zábrusu. Zkoušku těsnosti provedeme s malým množstvím kapaliny, se kterou počítáme jako s extrakčním rozpouštědlem. Rozpouštědlo nalijeme do nálevky s uzavřeným kohoutem a uzavřeme ji zátkou. V případě, že se projeví netěsnost, pokusíme se kohout namazat (viz mazání zábrusů, kap. chemické sklo) nebo přebrousit. Přebrousování se provádí tak, že se do zábrusu nasype jemný písek, pak se vsune otočné jádro a několikrát se jím otočí. Je vhodné kohoutek po té pojistit proti vyklouznutí gumičkou. Není-li ani po uvedených operacích dělička těsná, je nutno ji vyřadit, proto dbáme, abychom nezaměnili kohoutky od různých dělicek. Při vytřepávání držíme dělicí nálevku šikmo tak, že zábrusová zátka spočívá v dlani. Pravidelně uvolňujeme přetlak par rozpouštědla uvolněním kohoutku, který míří vzhůru. Odvzdušňování je důležité proto, aby dělička přetlakem nepraskla. Pak děličku umístíme na stojan do kruhu a vyčkáme, až se fáze oddělí. Vytřepáváme několikrát a extrakty sléváme, horní vrstvu horem, spodní spodem. Platí zásada, že je lépe provést vytřepávání vícekrát menším množstvím rozpouštědla, než úhrnným objemem najednou.

Výhodnější než vytřepání jsou kontinuální extrakce. Jsou sice časově náročnější, ale zato účinnější. Je popsáno několik typů extraktorů pro kapaliny lehčí nebo těžší než voda, ale nejčastější je Soxhletův extraktor zvaný též Soxhletův přístroj. V baňce se vaří rozpouštědlo a jeho kondenzát stéká na extrahovanou látku nasýpanou v papírové patroně. V momentu, kdy kapalina v extraktoru dosáhne určité výše, přeteče postranní přepadovou rourkou zpět do destilační baňky. V destilační baňce zůstává extrahovaná látka, rozpouštědlo se vypařuje a čisté se opět účastní extrakce. Tak se extrakt stále koncentruje.

Dekantace

Dekantace je jednoduchý způsob dělení soustavy tuhé a kapalně fáze spočívající v tom, že necháme tuhoun látku usadit na dně dekantační nádoby a čirou kapalinu pak opatrně oddělíme odlitím nebo odsátím pomocí násosky nebo za sníženého tlaku. Odtahenou původní kapalinu nahradíme kapalinou promývací, sraženinu důkladně promícháme a necháme opět usadit. Celý postup opakujeme tak dlouho, až odstraníme všechny nevhodné příměsi. Dekantace je vhodná zejména pro sraženiny s vysokou hustotou, které dobře sedimentují. Na dekantaci používáme vysoké dekantační kádinky, Ehrlenmeyerovy baňky nebo odměrné válce. Odtahujeme-li kapalinu násoskou, má být její konec otočen vzhůru, aby se nestrhávaly z usazené vrstvy částice tuhé látky. Násosku naplníme vodou a při uzavřeném odtékacím konci ji opatrně ponoříme do dekantační nádoby. Kapalinu necháme odtékat samovolně.