

Laboratorní cvičení z anorganické chemie

Jan Grégr, Martin Slavík
verze 26.4.2018

Obsah

Bezpečnost práce v chemické laboratoři (BOZP)	2
Úkol č. 1 [Kombi]	3
Sledování závislosti reakční rychlosti na teplotě a koncentraci [Kombi]	3
Stanovení křivky rozpustnosti dusičnanu draselného [Kombi]	4
Úkol č. 2	5
Konverze solí	5
Příprava chloridu sodného NaCl	5
Příprava dusičnanu draselného KNO ₃ [Kombi]	6
Příprava oxidu měďného Cu ₂ O	7
Redukce měďnaté soli kovovým železem [Kombi]	7
Úkol č. 3	8
Příprava kyseliny trihydrogenborité z boraxu	8
Důkaz kyseliny borité (boritanů) [Kombi]	8
Reakce kyseliny borité s chloridem sodným	9
Reakce S ²⁻ , SO ₃ ²⁻ , SO ₄ ²⁻ , S ₂ O ₃ ²⁻	9
Reakce Fe ²⁺ a Fe ³⁺	9
Úkol č. 4	10
Příprava FeSO ₄ ·7H ₂ O rozpouštěním železa ve zředěné H ₂ SO ₄	10
Stanovení krystalové vody [Kombi]	10
Příprava amoniaku a důkaz některých jeho vlastností	11
Úkol č. 5	13
Příprava podvojných hydratovaných síranů	13
Stanovení relativní atomové hmotnosti zinku [Kombi]	13
Úkol č. 6 [Kombi]	15
Reakce anorganických kationtů Kvalitativní určení neznámého kationtu	15
Úkol č. 7 [Kombi]	16
Reakce anorganických aniontů Kvalitativní určení neznámého anionu a neznámé soli	16
Úkol č. 8	16
Monohydrát síranu tetraamminměďného [Cu(NH ₃) ₄]SO ₄ ·H ₂ O	16
Kyanotypie	17
Chemické děje černobílé fotografie – zrušeno	18
Příprava nanočástic	18
Úkol č. 9	20
Příprava ferritů koprecipitací a metodou samovznícení	20
Úkol č. 10 [Kombi]	21
Vlastní příprava zadané sloučeniny	21

Tipy:

- Poznámky a tipy jsou uvedeny u většiny úloh. Jsou zde užitečné informace nebo další úkoly pro procvičení a zamyšlení. Např.:
- Návod je možné vytisknout oboustranně nebo pomocí funkce 2 stránky na list dostupné u moderních tiskáren.

Bezpečnost práce v chemické laboratoři (BOZP)

Práce v chemické laboratoři představuje zvýšené riziko případného poškození zdraví, proto Vám důkladné seznámení s informacemi uvedenými dále umožní pracovat bezpečně a poskytne také možnost radovat se bez omezení ze života i po skončení laboratorního cvičení!




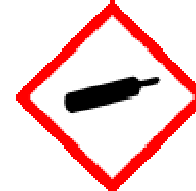







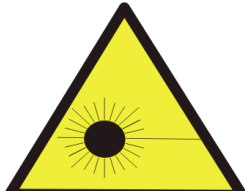



Podrobnosti o bezpečnosti a ochraně zdraví při práci v chemické laboratoři se dozvíte při vstupním školení a také v kurzu volně dostupném na adrese: <http://www.fp.tul.cz/bozp>

Největším nebezpečím jsou samotné chemikálie, látky jsou klasifikovány podle svých vlastností do následujících skupin nebezpečnosti, pro snadné rozlišení je každá skupina zvýrazněna piktogramem (grafickým symbolem).

Tyto symboly jsou doplněny H-větami představujícími informace o rizikovitosti [*H=hazard*, dříve R=risk] a P-větami [*P=precaution*, dříve S=safety;], tj. informacemi o bezpečném nakládání, které jsou uvedeny na obalu chemikálií. Před prací i během ní si pozorně prohlédněte obal chemikálií a seznamte se s nebezpečnými vlastnostmi používaných látek.

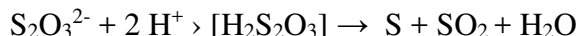
Při práci musíte povinně používat ochranné brýle, použití dalších ochranných pomůcek je uvedeno v bezpečnostním listě a pravidlech k ochraně zdraví při práci. Předem si prostudujte pracovní návody. Pokud si nejste jisti, zeptejte se. Vždy používejte zdravý rozum!

Používané výstražné symboly nebezpečnosti

				
GHS01 - výbušné látky	GHS02 - hořlavé látky	GHS03 - oxidační látky	GHS04 - plyny pod tlakem	GHS05 - korozivní a žíravé látky
				
GHS06 - toxické látky	GHS07 - dráždivé látky	GHS08 - látky nebezpečné pro zdraví	GHS09 - látky nebezpečné pro životní prostředí	GHS10 - látky s neznámými vlastnostmi
				
Elektrický proud	Laserové záření	Nebezpečné neviditelné záření	Horký povrch	Biologické riziko (biohazard)

Úkol č. 1 [Kombi]**Sledování závislosti reakční rychlosti na teplotě a koncentraci [Kombi]**

Sledujte rychlost reakce kyseliny sírové s thiosíranem sodným vedoucí ke vzniku nestálé kyseliny thiosírové, rozkládající se podle rovnice

**Měření reakční rychlosti****Příprava základních roztoků**

Ze zásobní lahve roztoku kyseliny sírové, $c = 3 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ odpipetujte 4 cm^3 do odměrné baňky o objemu 50 cm^3 a doplňte destilovanou vodou po značku.

Navážte $8 \text{ g Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a rozpust'te v 80 cm^3 destilované vody, kvantitativně převed'te do odměrné baňky o objemu 100 cm^3 a doplňte destilovanou vodou po značku. Vypočtete látkovou koncentraci obou základních roztoků.

Příprava reakčních směsí

Do osmi označených zkumavek napipetujte roztoky podle tabulky a zkumavky vytemperujte na teplotu $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

Zkumavka	A ₁	A ₂	B ₁	B ₂	C ₁	C ₂	D ₁	D ₂
ml H ₂ SO ₄	2	–	2	–	2	–	2	–
ml Na ₂ S ₂ O ₃	–	2	–	4	–	6	–	8
ml H ₂ O	–	6	–	4	–	2	–	–

Měření rychlosti reakce

Ve vybraný okamžik přidejte roztok A₁ k roztoku A₂, krátce zatřepejte a sledujte okamžik, kdy se směs začne kalit vznikající sírou. Odečtete čas a zapište do tabulky.

Měření se zpřesní, označí-li se reakční zkumavka značkou. Registruje se okamžik, kdy značka přes zákal přestane být vidět.

Totéž proved'te s roztoky B, C, D.

Celou sérii měření s připravenými roztoky proved'te při teplotách $30 \text{ }^\circ\text{C}$ a $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

--	--	Teplota $20 \text{ }^\circ\text{C}$		Teplota $30 \text{ }^\circ\text{C}$		Teplota $40 \text{ }^\circ\text{C}$	
		roztok	[S ₂ O ₃ ²⁻]	t [s]	1/t	t [s]	1/t
A							
B							
C							
D							

Zjistete, jak se mění reakční rychlost se změnou počáteční koncentrace thiosíranu. Nakreslete závislosti $1/t$ vůči koncentraci [S₂O₃²⁻] vždy pro danou teplotu.

V jednotlivých sériích určete, kolikrát se změnila rychlost reakce při změně teploty o $10 \text{ }^\circ\text{C}$. Z naměřených hodnot vypočtete: průměr, směrodatnou odchylku a relativní směrodatnou odchylku výběru [v MS Excelu např. funkce: Průměr; Smodch.výběr // relativní směrodatná odchylka = $100 \cdot \text{Smodch.výběr} / \text{Průměr}$].

Stanovení aktivační energie reakce

Závislost rychlostní konstanty k na teplotě T vystihuje Arrheniova rovnice: $k = A \cdot \exp(-E_A/(RT))$, kde A je předexponenciální faktor; E_A aktivační energie a R univerzální plynová konstanta.

Po logaritmování získáme: $\ln k = \ln A - \frac{E_A}{R} \cdot \frac{1}{T}$, popř. pro dekadické logaritmy: $\log k = \log A - \frac{E_A}{2,303R} \cdot \frac{1}{T}$

Tyto rovnice představují přímky vynesené v souřadnicích $\ln(k)$, popř. $\log(k)$ vůči $1/T$.

Protože pro danou koncentraci thiosíranu je k úměrná reakční rychlosti v , tj. $1/t$, můžeme vynášet závislost $\ln(1/t)$ vůči $1/T$ a směrnice této lineární závislosti bude E_A/R . Při pečlivém provedení experimentu byste měli získat soubor čtyř lineárních závislostí pro jednotlivé koncentrace thiosíranu, které by měly mít přibližně stejný sklon. Naměřené body proložte přímkou pomocí metody nejmenších čtverců (např. v MS Excelu: Nástroje/Analýza dat – Regrese; Graf/Přidat spojnici trendu – Lineární).

Vypočtete průměrnou hodnotu této směrnice a z ní hodnotu aktivační energie E_A . Všimněte si také hodnoty chyby určení směrnice.

Stanovení křivky rozpustnosti dusičnanu draselného [Kombi]

Rozpustnost je závislá na použitém rozpouštědle a na teplotě. Jestliže se za daných podmínek další podíl látky nerozpouští, mluvíme o nasyceném roztoku a jeho koncentrace udává rozpustnost látky při dané teplotě (v g na 100 g rozpouštědla).

Pracovní postup:

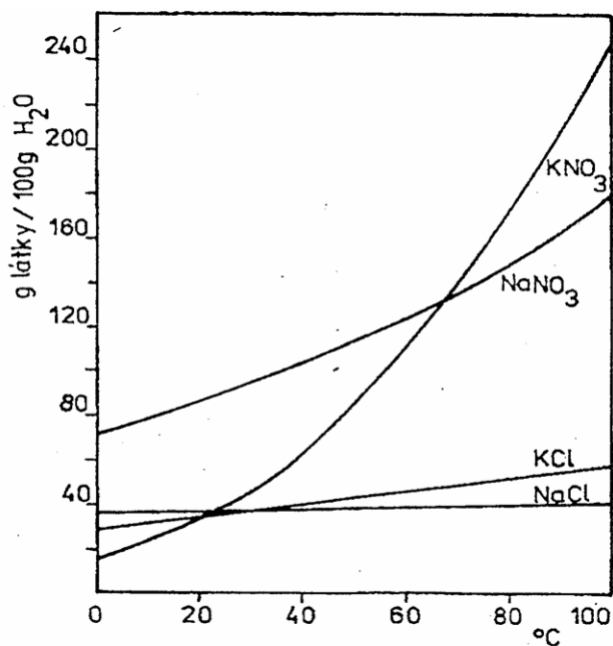
Do kádinky obsahu 250 ml nalijte asi 30–50 ml vody a vsypte takové množství dusičnanu draselného, jaké odpovídá rozpustnosti při teplotě 100 °C (246 g na 100 g rozpouštědla). Směs promíchejte tyčinkou a vytemperujte na 20 °C. Asi po 5–10 minutách nechte nerozpuštěné krystaly usadit a odlijte asi 5 ml roztoku do odvážené vysušené porcelánové odpařovací misky. Misku i s roztokem zvažte. Potom roztok odpařte nad malým plamínkem do sucha tak, aby nedocházelo k vystřikovávání a ztrátám látky. Misku s odparkem vysušte v sušárně asi při 105 °C, nechte vychladnout a znovu zvažte. Z jednotlivých vážení určete váhové množství vody a dusičnanu v roztoku nasyceném při 20 °C a přepočítejte množství dusičnanu draselného na 100 g vody. Mezitím zahřejte směs v kádince za stálého míchání na 40 °C a po usazení krystalků znovu slijte část roztoku do odvážené odpařovací misky a celý postup opakujte. Podobně proveďte určení rozpustnosti i při 60 °C a 80 °C.

Zjištěné výsledky vynesete do grafu, závislost proložte vhodnou funkcí. Do grafu zanešte též publikovaná data rozpustnosti dusičnanu draselného a porovnejte se svými výsledky. Vysvětlete odchylky svých měření od publikovaných dat.

Poznámky a tipy:

- Jaké je použití thiosíranu sodného a dusičnanu draselného?
- Kromě MS Excelu lze použít např. balík OpenOffice (OpenSource alternativa, tj. vše zdarma včetně zdrojového kódu programu, <http://www.openoffice.cz/>). Doporučujeme.
- Nezapomeňte popsat řádně tabulky a grafy; na osu x se vynášejí vždy nezávisle proměnná (proč?).
- Víte, jak se zachránil Sherlock Holmes z laboratoře naplněné chlórem?

[Golembowitz, W.: Chemické příběhy Sherlocka Holmese, MF, Praha 1968]

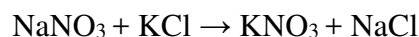
Úkol č. 2**Konverze solí**

V preparaci solí anorganických kyselin má zvláštní význam tzv. metoda konverze. Využívá se při ní toho, že z roztoku dvou solí se vyloučí sloučenina s takovým kationem a anionem, která je za daných podmínek nejméně rozpustná.

Nejjednodušším příkladem jsou reakce srážecí, při nichž vznikají látky v použitém rozpouštědle prakticky nerozpustné.

Protože však rozpustnost solí v určitém rozpouštědle v širokých mezích kolísá a různým způsobem se mění v závislosti na teplotě, můžeme vhodnou kombinací dvou solí a teploty roztoku vytvořit takové podmínky, při nichž se podaří z roztoku izolovat rozpustné sloučeniny se vzájemně vyměněnými ionty.

Klasickým příkladem takové konverze je reakce mezi dusičnanem sodným a chloridem draselným:



Z křivek rozpustnosti těchto solí můžeme zjistit, že při zahušťování roztoku, který obsahoval ekvimolární množství dusičnanu sodného a chloridu draselného, by se při 100 °C vylučoval nejdříve chlorid sodný a při teplotách pod 10 °C by z tohoto roztoku krystaloval dusičnan draselný.

Pracovní postup

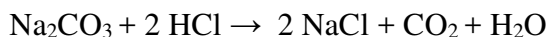
V kádince zahřejte 70 cm³ destilované vody k varu, potom rozpusťte 21,25 g dusičnanu sodného. Do tohoto roztoku pomalu vnesete za stálého míchání 18,65 g chloridu draselného. Takto vzniklou směs zahřívejte tak dlouho, až se odpaří přibližně 20 cm³ destilované vody. Roztok přefiltrujte za horka. Filtrát po NaCl ochlaďte proudem studené vody na teplotu pod 10 °C. Vzniklé krystaly KNO₃ odsajte na Büchnerově nálevce, opatrně promyjte ledovou vodou a vysušte v sušárně při 105 °C. Produkty konverze zvažte a vypočítejte praktický výtěžek v % teoretického výtěžku.

Poznámky a tipy:

- Jak se přesvědčíte o kvalitě vzniklého dusičnanu draselného (nepřítomnosti chloridových aniontů)? Proveďte.

Příprava chloridu sodného NaCl

Chlorid sodný se připraví z kalcinovaného uhličitanu sodného neutralizací kyselinou chlorovodíkovou:

**Připravte 10 g NaCl.**

- 1) Vypočítejte potřebné množství Na₂CO₃ a HCl
- 2) Z vypočteného množství připravte: 15% roztok Na₂CO₃ a 15% roztok HCl
- 3) Vypočítejte výtěžek NaCl

Pracovní postup:

Nejprve se připraví 15% roztok kalcinovaného (= sušeného) uhličitanu sodného a ekvivalentní množství kyseliny chlorovodíkové. Roztok uhličitanu se vnáší po malých dávkách do kyseliny v kádince, přikryté z větší části skleněnou destičkou, aby po dobu unikání oxidu uhličitého roztok z misky nevystříkoval. (Roztok sody přidáváme, dokud neustane šumění). Pak se destička spláchne do kádinky a zkusí se reakce s pH papírkem. Jestliže papírek jen slabě červená, roztok se zfiltruje a zahustí se zahříváním ke krystalizaci tak, aby se z vyňaté kapky vylučovaly na destičce krystaly. Produkt získaný volnou krystalizací tvoří

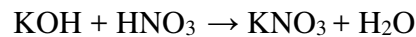
bezbarvé krystalky nebo jemný bílý prášek krychlové soustavy. (Podobně by se připravil z uhličitanu draselného a kyseliny chlorovodíkové chlorid draselný.)

Poznámky a tipy:

- Čtěte všechny návody až do konce, pracovat začnete až po důkladném promyšlení!
Vážili jste v této úloze bezvodé látky nebo hydráty? Použili jste 100 % kyselinu? Jestliže ne je nutné množství reaktantů přepočítat, dejte pozor také u dalších úloh.

Příprava dusičnanu draselného KNO_3 [Kombi]

Dusičnan draselný se připraví neutralizací hydroxidu draselného kyselinou dusičnou:



Připravte 10 g KNO_3

- 1) Vypočtete potřebné množství KOH a HNO_3
- 2) Z vypočteného množství připravte
 - 1) 25% roztok KOH
 - 2) 35% roztok HNO_3
- 3) Vypočtete výtěžek KNO_3

Pracovní postup:

Za stálého míchání se po malých dávkách vlévá do kádinky s roztokem hydroxidu draselného vypočtené množství kyseliny dusičné. Po proběhnutí neutralizace, zjištěné lakmusovým papírkem, zahustí se roztok ke krystalizaci.

Vzniklé krystaly jsou bezbarvé, velmi snadno rozpustné ve vodě.

Poznámka. Stejným způsobem připravíme dusičnan sodný z hydroxidu sodného a kyseliny dusičné, který tvoří bezvodé a bezbarvé krystaly, stálé na vzduchu.

Poznámky a tipy:

- Chcete vidět praktickou zkoušku „nehořlavé“ úpravy materiálu? Požadujte ji od vedoucího cvičení.
- Na internetu najdete model struktury krystalové buňky chloridu sodného. Kolik chloridových aniontů je ve struktuře nejbližší okolo každého sodného kationtu?
- Nalezněte model struktury dusičnanu draselného. Jak jsou strukturní částice uspořádány v tomto modelu?
- Mají následující použití NaCl racionální podklad?
 - Vyzraje na špinavé litinové pánve.
 - Vycídí mastnou pánev.
 - Zbaví tenisky zápachu
 - Zabrání namrzání oken
 - Pomáhá hubit plevel
 - Uhasí hořící olej.

Příprava oxidu měďného Cu_2O

V laboratoři připravíme Cu_2O nejnáze redukcí některých komplexních solí mědi v alkalickém roztoku redukujícími cukry za zvýšené teploty. V našem případě redukuje Fehlingův roztok (I, II) glukózou. (Fehlingův roztok I je roztok modré skalice $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, Fehlingův roztok II je roztok vlnanu draselnou-sodného).

Z roztoku se oxid měďný vyloučí jako červený krystalický prášek nebo žlutá sedlina. Obě formy jsou pravděpodobně totožné a liší se jen velikostí částic. Vlhký oxid měďný není na vzduchu stálý a poněkud se oxiduje. Ve vodě je velmi málo rozpustný, dobře se rozpouští v amoniaku a roztocích thiosíranu.

Pracovní postup:

V kádince 150 ml rozpustíme 7 g modré skalice v 50 ml destilované vody a zfiltrujeme do kádinky 600 ml přes filtr s červenou páskou. Vyměníme filtr a do téže kádinky zfiltrujeme i roztok 20 g vlnanu draselnou-sodného (Seignettovy soli) a 7,5 g KOH v 50 ml destilované vody. Oba roztoky dobře promícháme a zahřejeme k varu. V kádince 400 ml rozpustíme 2,5 g glukózy ve 250 ml destilované vody. Vše přidáme do předem připraveného Fehlingova roztoku (I a II) a spolu povaříme 1–2 minuty. Po odstavení kahanu doplníme obsah kádinky studenou destilovanou vodou asi na 500 ml.

Vyloučenou sraženinu necháme ustát, svrchní kapalinu odlijeme a oxid měďný odsajeme na Büchnerově nálevce přes velmi jemný filtr (žlutá páska). Filtrační papír musí být o něco menší, než vnitřní průměr Büchnerovy nálevky, proto tužkou obkreslete dno kádinky, která se právě vejde do nálevky, a kruh vystříhnete. Po zapnutí membránové vývěvy filtr navlhčete destilovanou vodou, aby se nepohyboval. Nejprve promýváme horkou destilovanou vodou do zmizení alkalické reakce na indikátorový papírek a potom promyjeme 30 ml etylalkoholu, produkt chvíli vysušuje prosáváním vzduchu. Na hodinovém sklíčku vysušíme oxid měďný při 60°C , zvážíme a odevzdáme.

Úkoly:

Vypočítejte praktický výtěžek v % teoretického výtěžku.

Redukce měďnaté soli kovovým železem [Kombi]

Elektropozitivnější prvky mohou vyredukovat z roztoků prvky méně elektropozitivní.

Navážte 3 g pentahydrátu síranu měďnatého ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, tak zvané modré skalice) a rozpustěte ho ve 100 ml kádince asi v 50 ml destilované vody. Přidejte přibližně 1 ml 10 % kyseliny sírové (asi 1 cm v obyčejné zkumavce) a roztok zahřívajte na vařiči. Jeden odmaštěný hřebík důkladně osušte filtračním papírem, zvažte jej a vložte do zahřívajícího roztoku CuSO_4 . Roztok uveďte do varu a hřebík vařte po dobu asi 20 minut za občasných poklepání hřebíku skleněnou tyčinkou k odstranění ulpělé vrstvy mědi, až se modré zbarvení způsobené ionty komplexu $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ prakticky ztratí a roztok se mírně zbarví zeleně ionty $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Proces využívá rozdílného elektrochemického potenciálu dvojice kovů Cu-Fe. Po skončení reakce, roztok v kádince doplňte studenou vodou a slijte jej do výlevky. Hřebík opláchněte (případně odstraňte zbytky mědi), zvažte jej a vypočítejte úbytek jeho hmotnosti.

Úkoly:

V chemických tabulkách nebo pomocí webelements.com zjistěte elektrochemické potenciály mědi a železa. Pomocí databází mindat.org nebo webmineral.com zjistěte strukturní parametry železa a mědi a do protokolu si stáhněte model struktury elementárních buněk krystalů těchto kovů.

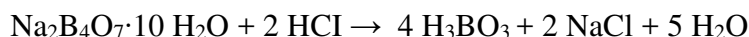
Vypočítejte teoretický úbytek hmotnosti hřebíku a praktickou účinnost provedené reakce v %.

Poznámky a tipy:

- Zkuste vyjádřit, jak uvedená reakce souvisí s korozi železných předmětů?

Úkol č. 3**Příprava kyseliny trihydrogenborité z boraxu**

Kyselinu trihydrogenboritou (orthoboritou) připravíme reakcí kyseliny chlorovodíkové s tetraboritanem sodným $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ (boraxem):



- 1) Vypočítejte množství chemikálií potřebných k přípravě 5 g H_3BO_3 . ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, HCl).
- 2) Vypočítejte množství vody pro přípravu 20% roztoku boraxu, který budete v pracovním postupu používat.
- 3) Vypočítejte výtěžek H_3BO_3 v procentech.
- 4) Přepočítejte hmotnost HCl na objem HCl 20 %, jejíž $\rho = 1,1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

Pracovní postup:

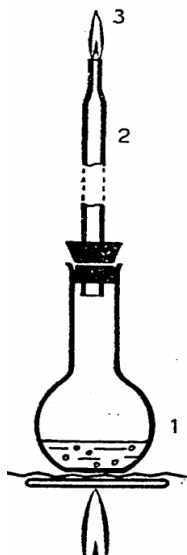
- 5) V kuželové baňce zahřejte k varu destilovanou vodu o objemu, který jste vypočetli v bodě 2), rozpusťte v ní krystalický tetraboritan disodný. Kapku připraveného roztoku přeneste skleněnou tyčinkou na univerzální indikátorový papírek a ověřte tak pH roztoku.
- 6) Do odměrného válce odměřte o $\frac{1}{4}$ objemu více, než činí potřeba 20% kyseliny chlorovodíkové podle vašeho výpočtu. Odměřený objem kyseliny pozvolna přilijte k zahřátému roztoku v kuželové baňce. Opět ověřte pH roztoku.
- 7) Baňku se směsí ochlaďte proudem studené vody nebo lépe v lázni s vodou a ledem. Při chlazení třete o stěnu baňky skleněnou tyčinkou, abyste krystalizaci urychlili. Pokud při ochlazování nedojde ke krystalizaci, zahustěte roztok v porcelánové misce na vodní lázni v digestoři a jeho chlazení opakujte.
- 8) Krystaly vyloučené z roztoku odsajte v Büchnerově nálevce filtrací za sníženého tlaku, vysušte je mezi listy filtračního papíru a změřte jejich hmotnost.
- 9) Získaný produkt o hmotnosti asi 0,1 g rozpusťte v destilované vodě (asi 2 cm^3) a změřte pH takto získaného roztoku. Zbývající produkt odevzdejte.

Vlastnosti:

H_3BO_3 tvoří bílé průsvitné, na omak mastné šupinkovité krystaly perleťového lesku. Ve studené vodě je málo rozpustná, dobře se rozpouští v horké vodě. Je velmi slabou kyselinou.

Poznámky a tipy:

- Jaké je použití $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ a H_3BO_3 ?

Důkaz kyseliny borité (boritanů) [Kombi]**Pracovní postup**

Asi 2 g připravené látky vložte do malé varné baňky, přilejte asi 10 cm^3 metanolu a pipetou přidejte asi 5 cm^3 koncentrované kyseliny sírové. Baňku uzavřete zátkou, jíž prochází 60 cm dlouhá skleněná trubice – vzdušný chladič. Baňku upevněte na azbestové síťce ve stojanu a zahřívejte. Když na konci trubice unikají páry, zapalte je.

1. – varná baňka s reagující směsí
2. – vzdušný chladič
3. – plamen hořícího metylesteru kyseliny borité

Poznámky a tipy:

Zamyslete se nad tím, proč používáme místo ethanolu toxický methanol. Jaké jsou toxikologické vlastnosti kyseliny borité?

- Vytvořte modely struktury kyseliny borité a methylesteru kyseliny borité.

Reakce kyseliny borité s chloridem sodným

Pracovní postup

Ve třecí misce smíchejte 0,2 g kyseliny borité a chloridu sodného. Směs vsypte do malé zkumavky nebo trubičky na jednom konci zatavené a zahřívejte. Pozorujte průběh reakce. Dokažte unikající chlorovodík a vysvětlete. Zapište chemickou rovnici probíhající reakce.

Reakce S^{2-} , SO_3^{2-} , SO_4^{2-} , $S_2O_3^{2-}$

Nejběžnější a nejstabilnější oxidační stav síry ve vodných roztocích je S^{6+} v síranech. Všechny ostatní aniony obsahující síru S^{2-} a SO_3^{2-} mohou být oxidovány na stav S^{6+} . V případě siřičitanových a sulfidových iontů ve vodném roztoku může být tato oxidace způsobena vzdušným kyslíkem.

Experimentální část:

- Použijte přibližně 2M vodný roztok sodné soli ke zjištění účinků zředěné kyseliny chlorovodíkové. Pokud je to nutné, zahřejte reakční směs, aby se reakce rozběhla a určete plyn, který se vyvine.
- Použijte roztoky solí jako v experimentu 1 a vyzkoušejte, jak s nimi reagují následující sloučeniny:
 - $BaCl_2$ s přidáním několika kapek koncentrované HCl
 - vodný roztok olovnaté soli
 - roztok jódu v roztoku jodidu draselného
 - $K_2Cr_2O_7$ okyselený zředěnou kyselinou sírovou
 - $KMnO_4$ okyselený zředěnou kyselinou sírovou
 - vodný roztok $AgNO_3$.

Napište rovnice-pro reakce, které proběhly.

Přípravte $AgCl$, AgI a $AgBr$ přidáním vhodné sodné soli k $AgNO_3$. Zjistěte vliv S^{2-} a $S_2O_3^{2-}$ na tyto soli. Navrhněte postup pro zjištění sulfidu, siřičitanu, síranu a thiosíranu ve směsi, která všechny tyto soli obsahuje.

Poznámky a tipy:

- Doporučujeme pozorování zapsat do tabulky podobné tabulce níže.

Reakce Fe^{2+} a Fe^{3+}

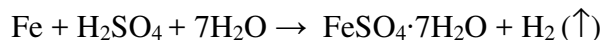
V cca 20 ml vody rozpustíme asi 0,5 g Mohrovy soli a roztok nalijeme do zkumavek. Do dalších zkumavek nalijeme roztok chloridu železitého. Vyzkoušíme reakce obou iontů (Fe^{2+} , Fe^{3+}) s roztoky $K_4[Fe(CN)_6]$, $K_3[Fe(CN)_6]$, KH_2PO_4 a $KSCN$. Barevný roztok po přidání $KSCN$ zkusíme odbarvit přidáním roztoku NaF . Pozorujeme změny barvy roztoků a vznik sraženin, děje popíšeme chemickými rovnicemi.

roztok/činidlo	$K_4[Fe(CN)_6]$,	$K_3[Fe(CN)_6]$,	KH_2PO_4	$KSCN$
Fe^{2+}				
Fe^{3+}				

Úkol č. 4**Příprava $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ rozpouštěním železa ve zředěné H_2SO_4**

Rozpustné soli běžných obecných kovů se připravují obvykle rozpouštěním kovů ve zředěných kyselinách. Neušlechtilé kovy se rozpouštějí v neoxidujících kyselinách za **vývoje vodíku** (substituují vodík v kyselinách, vyredukuje vodík z iontů H_3O^+).

Heptahydrát síranu železnatého připravíme rozpouštěním železa ve zředěné H_2SO_4

**Pracovní postup:**

Pro přípravu použijeme 3 g železa ve formě pilin, hoblin nebo drobných hřebíků. Při použití hřebíků je nutné provést odmaštění povařením ve zředěném roztoku sody nebo hydroxidu sodného. Po důkladném opláchnutí vodou můžeme začít s rozpouštěním ve zředěné 25% H_2SO_4 , které vezmeme o 10 % méně, než odpovídá rovnici. Železo se sice úplně nerozpustí, ale zadrží znečišťující kovy. Pracujeme v kádince o objemu 150 ml zakryté hodinovým sklem a na dobře větratelném místě (digestoři), protože se vyvíjí větší množství vodíku.

Reakci podporujeme mírným ohřevem nejlépe na teplotu 50–60 °C na vodní lázni (větší kádinka s vodou).

Teplotu nepřekračujeme! Vznikající FeSO_4 příliš zahušťuje roztok, a proto je nutné přidat vodu ohřátou na 50–60 °C v množství 15–25 ml podle vazkosti roztoku. Před rozpouštěním posledních zbytků železa záhřev skončíme.

Získaný roztok síranu železnatého zfiltrujeme od zbylých nečistot a získáme zeleně až modrozeleně zbarvený roztok, ke kterému přidáme 1 ml koncentrované kyseliny sírové. Zahustíme k rušené krystalizaci. Krystalizace musí proběhnout co nejrychleji, jinak se roztoky FeSO_4 mění na hnědý $\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4$ a to tím rychleji, čím jsou zředěnější. Krystaly rychle odsajeme na Büchnerově nálevce, promyjeme studenou vodou, vysušíme mezi dvěma filtračními papíry a zvážíme. Takto získaný FeSO_4 uzavřeme do prachovnice a použijeme na přípravu Mohrovy soli.

Navrhněte reakci pro stanovení FeSO_4 , po konzultaci s učitelem stanovení proveďte.

- 1) Vypočítejte praktický výtěžek v % teoretického výtěžku.
- 2) Vypočítejte množství uvolněného vodíku.
- 3) Vysvětlete, jaký je rozdíl mezi rozpouštěním neušlechtilých a ušlechtilých kovů v kyselinách.
- 4) Vysvětlete, proč nerozpouštíme železo beze zbytku a vkládáme při volné krystalizaci hřebík do roztoku.

Stanovení krystalové vody [Kombi]

Hydráty jsou krystalické látky, na jejichž stavbě mřížky se účastní molekuly vody (tzv. krystalová voda), jako například $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a pod. Některé látky tvoří pouze jeden hydrát, jiné tvoří více hydrátů a obsah krystalové vody závisí na teplotě, při níž látka krystalizovala. Čím nižší je teplota, tím je hydrát zpravidla vodou bohatší.

Některé hydráty jsou velmi stálé, jiné jsou velmi labilní, tzn., snadno se rozpadají na vodu a látku bezvodou. Stabilita hydrátu je dána tenzí par krystalové vody. Převyšuje-li tenze páry hydrátu za normální teploty tenzi vodních par v okolí (v atmosféře), není hydrát se svým okolím v rovnováze a ztrácí svoji krystalovou vodu - větrání krystalů (např. $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ na vzduchu ztrácí asi polovinu své vody, což se projeví tím, že se povrch pokryje neprůhlednou bílou vrstvou). V opačném případě látka samovolně přijímá vodu z okolí a pozvolna se rozpívá - látky hygroskopické (např. CaCl_2). Také rozpustnost hydrátů se liší od rozpustnosti látky bezvodé.

Hydrát můžeme zbavit vody buď částečně, nebo úplně tím, že tenzi jeho vodních par zvýšíme zahřátím, nebo výrazně snížíme tenzi vodních par v okolí (sušení v exsikatoru za přítomnosti silně hygroskopické látky).

Většinu hydrátů lze zbavit vody zahřátím do 300 °C. Výše teploty závisí na pevnosti vazby molekul krystalové vody.

Pracovní postup:

Jemně rozetřený vzorek rozprostřete na čisté a suché hodinové sklo, odvažte 3 g s přesností 0,1 g a sušte v sušárně 20 minut při teplotě 48 °C. Po vysušení nechte látku v exsikátoru až do úplného vychladnutí a zvažte. Opakujte až do konstantní hmotnosti. Totéž proveďte při teplotě 69 °C.

Vyžaduje-li dehydratace látky vyšších teplot, proveďte žihání v porcelánovém kelímku. Na žihání navažte 1 g vzorku do porcelánového kelímku předem vyžihaného a přesně zváženého. Vážení provádějte s přesností na 4 desetinná místa. Žihání provádějte v peci při 240–300 °C po dobu 20 minut. Po vychladnutí v exsikátoru opět přesně zvažte. Kelímky očistěte pouze mechanicky, **nemyjte je**.

Obsah krystalové vody vyjádřený hmotnostním zlomkem v procentech vypočítejte ze vztahu:
$$w = \frac{A_1 - A_2}{A_1 - A_k} \cdot 100$$

kde A_1 je hmotnost hodinového skla nebo kelímku s látkou před sušením nebo žiháním

A_2 hmotnost hodinového skla nebo kelímku s látkou po sušení, žihání (konstantní hmotnost)

A_k hmotnost prázdného hodinového skla nebo kelímku

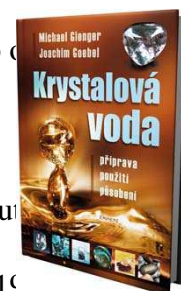
Počet molů krystalové vody vypočtete na základě známé molární hmotnosti hydrátu a stanoveného obsahu vody ve vzorku.

Poznámky a tipy:

- V tabulkách nebo databázích zjistěte oblasti teplotní stability jednotlivých hydrátů, v případě nutnosti upravte teplotu zkoušek sušení daných hydratovaných síranů.

- Chemické a analytické tabulky / Jiří Vohlídal, Alois Julák, Karel Štulík. 1. vyd. Praha: Grada, 1998.

Hildegarda von Bingen: „kdo vinou špatných šťáv trpí bolestí srdce, žaludečnými potížemi nebo bolestmi břicha, nechť zahřeje na slunci křišťál a polije ho vodou. Potom nechť vloží tento kámen na hodinku do vody, pak ho z ní vyjme a pije tuto vodu pravidelně. Pomůže tak svému srdci, žaludku i břichu.“

**Příprava amoniaku a důkaz některých jeho vlastností****Pracovní postup:**

Do Erlenmeyerovy baňky nasypete jemně rozetřený chlorid amonný (2 g) a oxid vápenatý (4 g). Dbejte na to, aby hrdlo baňky nebylo znečištěno chemikáliemi. Potom nad směs zavěste dva pruhy filtračního papíru ovlhčené destilovanou vodou. Směs začněte mírně zahřívát na síťce. U ústí baňky přidržíte navlhčený indikátorový papírek. Jakmile zmodrá, přestaňte zahřívát. Který plyn uvolňující se z reakční směsi způsobil změnu zabarvení indikátorového papírku?

Po chvíli vysuňte filtrační papíry a položte na skleněnou podložku (hodinové sklo). Postupně vedle sebe na jeden papír přikápněte roztok síranu měďnatého, chloridu železitého a fenolftaleinu, a na druhý tři kapky methylové oranže. Jaké změny pozorujete?

Na část papíru s první kapkou methylové oranže přidejte kapku zředěné kyseliny chlorovodíkové a na druhou kapku zředěný roztok kyseliny sírové. Proč se zabarvení indikátoru změnilo?

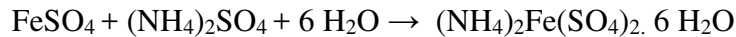
Výsledky pokusu a vysvětlení pozorovaných dějů zaznamenejte do tabulky.

Reaktanty	Pozorovaná změna	Vysvětlení (chemická rovnice)
$\text{NH}_4\text{Cl} + \text{CaO}$		
$\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{fenolftalein}$		
$\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4$		
$\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{FeCl}_3$		
$\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{methyloranž}$		

NH_4OH + methylořanž + HCl		
NH_4OH + methylořanž + H_2SO_4		

Úkol č. 5**Příprava podvojných hydratovaných síranů**

Hexahydrát síranu amonno-železnatého $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ se nazývá Mohrova sůl. Mohrovu sůl připravíme společnou krystalizací ekvimolárních množství síranu amonného a síranu železnatého. Obdobně připravíme i krystaly dalších podvojných síranů. Namísto síranu amonného lze využít síran draselný. Namísto síranu železnatého můžeme využít síran hořečnatý, manganatý, kobaltnatý, nikelnatý, měďnatý nebo zinečnatý.



- 1) S vyučujícím si dohodněte, jaký síran budete připravovat
- 2) Vypočtete množství chemikálií pro přípravu 6 g podvojného síranu. Připravte jej a nechte volně krystalizovat.

Pracovní postup:

V malé kádince připravíme roztok např. FeSO_4 podle výpočtu. Ve druhé kádince připravíme nasycený roztok např. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Oba roztoky okyselíme 2 až 3 kapkami koncentrovaného roztoku kyseliny sírové a zahřejeme na 70 °C. Při této teplotě je smícháme. Vzniklý roztok zfiltrujeme nálevkou pro filtraci za horka (nálevku si připravíme na začátku preparace) a filtrát necháme volně krystalovat do příštího cvičení. Vyloučené krystaly Mohrovy soli odfiltrujeme na Büchnerově nálevce. Krystaly na filtru promyjeme 10 cm³ ledové vody, 20 cm³ ethanolu a vysušíme je na vzduchu při laboratorní teplotě.

Vlastnosti:

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ tvoří modrozelené krystaly, které jsou na vzduchu stálé. Zahřátím nad 100 °C ztrácí Mohrova sůl svou krystalovou vodu. Všechny vzniklé podvojně sírany tvoří isomorfní řadu – tedy mají obdobnou krystalovou strukturu.

Protokol:

Pomocí databází mindat.org nebo webmineral.com si stáhněte modely struktury elementárních krystalových buněk a zjistěte, jak jsou ve struktuře krystalů rozloženy molekuly vody. Výsledky studia zaznamenejte v protokolu.

Vypočtete výtěžek v %.

Stanovení relativní atomové hmotnosti zinku [Kombi]

Sestavte aparaturu podle schématu na obrázku. Zkumavku nebo baňku s bočním vývodem naplňte asi do tří čtvrtin zředěnou HCl (1:1), vhoďte do ní přesně zváženou granuli zinku o hmotnosti 1,5–2 g a okamžitě uzavřete. Uvolněný vodík jímejte do válce, který naplňte vodou a obraťte dnem vzhůru, tak aby obsahoval minimální množství vzduchu. Dosáhne-li objem vodíku asi 80 % objemu válce (250 ml), vyvíjení přerušete odstraněním zátky a vlijte obsah rychle do vody. Nezreagovaný zinek opláchněte, vysušte a přesně zvažte. Vertikálním posunem válce vyrovnejte hladiny vody ve válci a misce (kádince) a co nejpřesněji odečtěte objem vodíku. Měření proveďte 3krát.

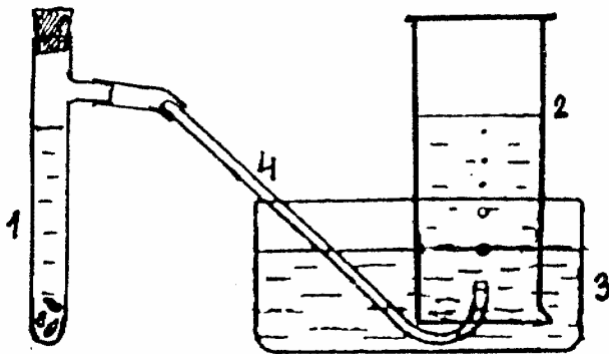
Z údajů:

- a) objem vyloučeného vodíku;
- b) teplota v laboratoři;
- c) atmosférický tlak;
- d) hmotnost zreagovaného zinku

vypočtete pomocí stavové rovnice ideálního plynu množství vodíku. Na základě rovnice reakce kyseliny a zinku se vypočte hodnota relativní atomové hmotnosti zinku. Výsledek porovnejte s tabelovanou hodnotou a případné odchylky vysvětlete. Proveďte statistické zpracování naměřených dat za celou skupinu.

Stejným způsobem můžeme zjistit molární hmotnost i dalších kovů, např. hliníku, železa, hořčíku, chromu.

Aparatura pro stanovení molární hmotnosti zinku



- 1) zkumavka s bočním vývodem;
- 2) válec 250 ml;
- 3) krystalizační miska;
- 4) skleněná trubička-

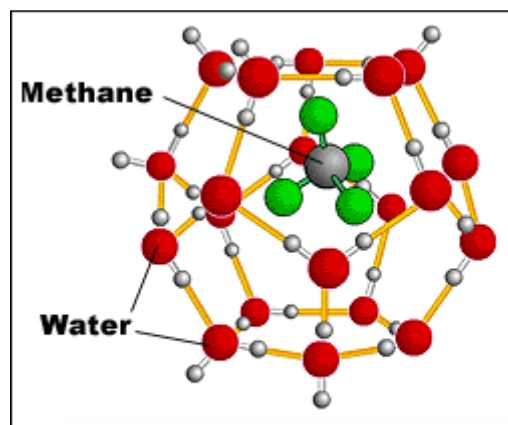
Poznámky a tipy:

- Proveďte statistické zpracování výsledků měření (za celou skupinu): vypočtete průměr, medián, směrodatnou a relativní směrodatnou odchylku, interval spolehlivosti výsledku (v MS Excelu např. Nástroje – Popisná Statistika, popř. funkce PRŮMĚR; MEDIAN; SMODCH.VÝBĚR; CONFIDENCE). Zobrazte histogram (v MS Excelu např. Nástroje – Histogram). Pochází výběr z Gaussova normálního rozdělení, jsou přítomny odlehlé hodnoty?

Poznámky a tipy:

Po absolvování poloviny úloh, když je konec semestru ještě v nedohlednu, neuškodí poučná četba:

- Čechura, R.: Dr. Sherlock Holmes v Čechách, Naše vojsko, Praha 1993.
- Einstein, A.: Fyzika jako dobrodružství poznání, Orbis, Praha 1958.
- Feynman, R.: To snad nemyslíte vážně, MF, Praha 1989.
- Golembowitz, W.: Chemické příběhy Sherlocka Holmese, MF, Praha 1968.
- Koukolík, F.: Lenochoď a vesmír, Praha: Vyšehrad, 1995. 154 s.
- Thomas, L.: Buňka, medúza a já, MF, Praha 1981.



METHANE CLATHRATE

Methane clathrate ($\text{CH}_4 \cdot 5,75\text{H}_2\text{O}$), methane hydrate, hydromethane, methane ice, fire ice, natural gas hydrate, or gas hydrate. "Burning ice". Methane, released by heating, burns; water drips.
 Inset: clathrate structure (University of Göttingen, GZG. Abt. Kristallographie).
 Source: [United States Geological Survey](http://www.usgs.gov).

Úkol č. 6 [Kombi]**Reakce anorganických kationtů
Kvalitativní určení neznámého kationtu****Úkol:**

- 1) odzkoušejte reakce roztoků anorganických kationtů se skupinovými činidly: sulfidem amonným, uhličitánem amonným, hydroxidem draselným, roztokem amoniaku, hydrogenfosforečnanem sodným, chromanem draselným a jodidem draselným. Zapište probíhající chemické reakce a popište změny v roztocích. Pozorujte i další změny po přidání nadbytku činidla či zahřátí roztoku.
- 2) odzkoušejte reakce roztoků anorganických kationtů se selektivními a specifickými činidly*, zapište probíhající chemické reakce a popište změny v roztoku.
- 3) vyzkoušejte zbarvení nesvítivého plamene přítomností anorganických kationtů (hlavně Cu^{2+} , Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}).
- 4) na základě zkušeností z úkolů 1), 2) a 3) určete kationty v předaném „neznámém“ vzorku.

***Doporučená selektivní činidla:**

K následujícím selektivním a specifickým zkouškám si odléváme vždy zhruba asi 2cm sloupec zředěného roztoku do čisté zkumavky a znovu jej zředíme destilovanou vodou asi do třetiny zkumavky. Podle předběžného odhadu na základě barvy roztoku a skupinových reakcí si ověříme přítomnost jednotlivých kationtů selektivními reakcemi. Volba a) nebo b) u činidla představuje alternativní reakci.

Kation	Činidlo	Reakce
NH_4^+	Tetrajodortuřnatan draselný (Nesslerovo činidlo)	Žlutá až hnědá sraženina
K^+	Hexanitritokobaltitan sodný (Koninckovo činidlo)	Žlutá sraženina
Na^+	Roztok octanu uranylo-zinečnatého	Žlutá sraženina
Fe^{2+}	a) hexakyanidoželezitan draselný (ferrikyanid)	Intenzivně modré zbarvení (Turnbullova modř)
	b) dimethylglyoxim + 2 M NH_4OH do alkalické reakce	Intenzivně červené zbarvení
Fe^{3+}	a) hexakyanidoželeznatan draselný (ferrokyanid)	Intenzivně modré zbarvení (Berlínská modř)
	b) thiokyanatan draselný (rhodanid)	Intenzivně červené zbarvení
Cr^{3+}	2 M NaOH povařit s 3% H_2O_2 , potom okyselit zředěnou 1 M H_2SO_4 a přidat H_2O_2	Modrý roztok, který se postupně odbarvuje
Ni^{2+}	Přidat dimethylglyoxim a 2 M NH_4OH	Červená sraženina (Čugajevova reakce)
Al^{3+}	Alizarin + několik kapek 2 M NH_4OH případně zahřát	Růžově červené zbarvení nebo sraženina
Cu^{2+}	a) 2 M NH_4OH	Modrofialový roztok,
	b) přidat hexakyanidoželeznatan draselný	Hnědé zbarvení nebo sraženina
Zn^{2+}	Zalkalizovat 1 ml roztoku 2 M NaOH , přidat dithizon	Malinově červené zbarvení v chloroformové vrstvě
Pb^{2+}	a) roztok K_2CrO_4	Žlutá sraženina
	b) roztok KI , zahřát, nechat zchladnout	Žlutá sraženina
Sn^{2+}	a) v prostředí 1 M HCl přidat roztok methylenové modři	Odbarvuje se, porovnejte se slepým vzorkem
	b) povařit s koncentrovanou HNO_3	Bílá sraženina rozpustná v NaOH
Mg^{2+}	Několik kapek 0,5% magnesonu v 1% NaOH , zalkalizovat 5ml 2 M NaOH	Chrpově modré zbarvení nebo sraženina

Úkol č. 7 [Kombi]**Reakce anorganických aniontů****Kvalitativní určení neznámého anionu a neznámé soli****Úkol:**

- 1) Odkoušejte reakci vzorků se zředěnou kyselinou sírovou a popište změny v roztoku.
- 2) Odkoušejte reakce roztoků anorganických aniontů se skupinovými činidly – roztoky *dusičnanu barnatého* a *stříbrného*. Zapište probíhající chemické reakce a popište změny v roztoku. Vyzkoušejte rozpustnost případných sraženin v kyselině dusičné, chlorovodíkové a octové, u stříbrných solí též v roztoku amoniaku.
- 3) Odkoušejte oxidačně-redukční vlastnosti roztoků anorganických aniontů, popište změny a zaznamenejte chemické reakce: a) *s okyseleným roztokem manganistanu draselného*; b) *s roztokem jodidu draselného a škrobu*; c) *s roztokem jodu*.
- 4) na základě poznatků z bodů 1), 2) a 3), případně též z předchozí práce (Reakce anorganických kationtů), určete neznámý anion v předaném vzorku.
- 5) na základě poznatků z této a předchozí práce určete kation i anion v předaném vzorku soli.

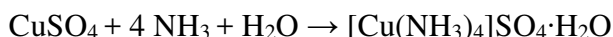
Doporučená selektivní činidla:

Anion	Činidlo	Reakce
NO_3^-	Difenylamin v konc. H_2SO_4	modré zbarvení
	do zkumavky přidat čerstvý roztok Fe^{2+} ; podvrstvit konc. H_2SO_4 (zónová reakce)	hnědý proužek na rozhraní kapalin
NO_2^-	do zkumavky přidat čerstvý roztok Fe^{2+} ; podvrstvit konc. kyselinu octovou (zónová reakce)	hnědý proužek na rozhraní kapalin
PO_4^{3-}	Molybdenan amonný + HNO_3 (molybdenová soluce)	žlutá sraženina

a některá další z Tabulky v Úkolu č. 8 (vyberte si sami).

Úkol č. 8**Monohydrát síranu tetraamminměďnatého $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$**

Monohydrát síranu tetraamminměďnatého vzniká působením nadbytku amoniaku na roztok síranu měďnatého:

**Pracovní postup:**

5,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ rozpustíme ve 20 cm³ vody a do vzniklého roztoku přidáváme zvolna za laboratorní teploty koncentrovaný roztok amoniaku, až se původně vzniklá zelenomodrá sraženina hydroxidu měďnatého opět rozpustí na fialově modrý roztok. Čirý roztok vlijeme do dvojnásobného množství ethylalkoholu. Vyloučí se jemný krystalický prášek komplexní soli $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Sůl odfiltrujeme na Büchnerově nálevce, promyjeme malým množstvím ethanolu a vysušíme na vzduchu při laboratorní teplotě.

Vlastnosti:

Síran tetraamminměďnatý tvoří temně modré krystaly, které jsou na vzduchu za obvyčejné teploty stálé, při zahřívání se však rozkládají na CuSO_4 . Ve vodě se poměrně dobře rozpouští na temně modrý roztok s alkalickou reakcí.

Kyanotypie

Kyanotypie je jednoduchá kopírovací technika s velkými možnostmi. Byla objevena Johnem Herschelem v roce 1842.

Úkol:

Zhotovte kontaktní fotogram, např. vybrané přírodniny pomocí kyanotypie.

Princip:

Kyanotypie je založena na citlivosti železitých solí ke světlu.

Citlivá vrstva obsahuje citran amonno-železitý a hexakyanidoželezitan draselný. Denní světlo (obsahující UV záření) nebo přímo UV záření excituje železitý komplex, ionty Fe^{3+} se redukují na Fe^{2+} a citran (resp. šťavelan) se oxiduje na CO_2 . Vzniklé ionty Fe^{2+} reagují s hexakyanidoželezitanem draselným za vzniku Turnbullovy modři. Po vymytí rozpustných sloučenin vodou získáme modrý obraz vázaný v mikrostruktuře papírového vlákna. Vzorec citranu amonno-železitého je: $(\text{NH}_4)_5[\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_7)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, mnoho sloučenin je ve skutečnosti komplexních.

Chemikálie:

Roztok A (omezeně trvanlivý):	Roztok B (trvanlivý):
Voda (asi 25 °C teplá).....100 ml	Voda (asi 25 °C teplá).....100 ml
Citran amonno-železitý (zelený).....25 g nebo tris(oxalato)železitan draselný	Hexakyanidoželezitan draselný.....10 g

Rovnice přípravy tris(oxalato)železitanu draselného:



Postup:

Smísíme stejné díly roztoku A a B (hotový pracovní roztok vydrží asi týden). Papír ve tmě nebo slabém světle žárovky namočíme do roztoku nebo roztok naneseeme štětcem, případně tyčinkou. Usušený světle žlutý zcitlivěný papír vydrží v temnu několik hodin až několik dní.

Položte papír na sklo a na papír umístěte předmět pro kontaktní kopírování, vše osviťte UV zářivkou do té doby, než vzniklý modrý odstín začne šednout (cca 8–10 min.), to je dáno vznikem Berlínské běli $\text{Fe}_2^{\text{II}}[\text{Fe}^{\text{II}}(\text{CN})_6]$, osvětlená místa by měla být mírně přeexponovaná.

Kopii vymýváme ve vodě asi 10–20 minut (podle druhu papíru), vodu mezitím alespoň pětkrát vyměníme. Je to důležité proto, aby uvolňované železité soli neznečistily oblasti světla. Vypírání musí být dostatečné, aby se z papíru všechny zbylé soli železa vymyly. Vypírání vodu se proto doporučuje okyselit několika kapkami kyseliny solné nebo lžičkou kyseliny citrónové. Vlhká kopie po zpracování je zatím poněkud bledá, definitivní správné hustoty dosáhne až po usušení, někdy dokonce až po několika dnech.

Obrazy sušíme běžným způsobem pověšené nebo v sušárně. Existuje i metoda urychlení oxidace peroxidem vodíku, kdy můžeme vidět obraz v podobě blízké definitivní již na začátku zpracování (do vyvolávací vody přidáme trochu 3% peroxidu vodíku).

Je-li obraz příliš tmavý, můžeme ho zeslabit v 1% roztoku uhličitanu sodného. Zeslabování přerušíme raději dříve než později, bude-li třeba, můžeme je po usušení znovu opakovat.

Tónování

Docela příjemného odstínu dosáhneme tónováním silným černým čajem nebo instantní kávou. Čaj a káva obsahují tanin (kyselina tříslová), který mění odrou barvu na modrozelenou a současně zabarvuje bílý papír do žluta.

Zpracováno dle:

FELTL, Tomáš, nedatováno. *e-Mole* č. 11 | *e-Mole* [online] [vid. 2018-04-17]. Dostupné z: <http://www.e-mole.cz/cislo/e-mole-c-11>

ŠTANZEL, Tomáš, nedatováno. *Historické fotografické techniky* [online] [vid. 2018-04-17]. Dostupné z: <http://www.ntm.cz/projekty/fototechniky/cs/index.php?text=seven>.



Anne Atkins:
Kyanotypický fotogram
zhotovený pro knihu
Photographs of British
Algae: Cyanotype
Impressions, 1843.

Chemické děje černobílé fotografie – zrušeno

Pracovní postup:

- 1) Ve zkumavce smíchejte roztok dusičnanu stříbrného o objemu 5 cm³ se stejným objemem bromidu draselného a roztokem želatiny o objemu 1 cm³. Obsah zkumavky důkladně promíchejte protřepáním a rozdělte jej do pěti zkumavek.
- 2) Podle údajů v tabulce prostudujte změny ve zkumavkách se suspenzí bromidu stříbrného za různých podmínek. Veškeré zbytky se sloučeninami stříbra po svých pokusech shromážděte do určené nádoby k dalšímu zpracování.

Tabulka: Studium vlastností bromidu stříbrného

Zkumavka číslo	Studované podmínky	Pozorované změny	Zdůvodnění (popř. chemická rovnice)
1	černým papírem zabránit přístupu světla		
2	suspenzi ponechat na světle		
3	přidat roztok hydrochinonu (4 ml)		
4	Přidat směs roztoku hydrochinonu (4 ml) a roztoku Na ₂ CO ₃ (1 ml)		
5	přidat roztok thiosíranu sodného (4 cm ³)		

Poznámky a tipy:

- Makašev, J. K., Zamjatkinová, V. M.: Sloučeniny v hranatých závorkách, SNTL, Praha 1981.
- Kulhánek, J.: Fotografický receptář, Merkur, Praha 1974.
- Škeřík, J. Receptář pro elektrotechniku, SNTL, Praha 1982.

Příprava nanočástic

Připravte nanočástice stříbra, zlata a platiny redukcí jejich sloučenin ve vodném roztoku a potvrďte přítomnost vzniklých nanočástic Tyndallovým jevem.

Princip:

Vodné roztoky sloučenin drahých kovů lze poměrně jednoduše redukovat na příslušné kovy redukujícími látkami, ve většině případů však vznikají hrubé částice ve formě černé sraženiny. Tento případ je typický například pro redukci zinkem ve slabě kyselém prostředí. Forma vyredukovaného kovu silně závisí jak na redukující látce, tak na podmínkách reakce (pH, koncentrace, teplota atd.). Za určitých podmínek se může kov vyredukovat ve formě nanočástic, pro které je typické, že poskytují Tyndallův jev, prakticky nesedimentují, většinou se projevují zabarvením roztoku (správně solu) a protože soly nejsou termodynamicky stabilní, po určité době dojde ke koagulaci (shluknutí a vysrážení částic a jejich sedimentaci). Pouze speciálními postupy lze připravit soly drahých kovů s delší životností.

Pracovní postup:

a) Příprava nanočástic stříbra

Připravte roztok dusičnanu stříbrného z 0,1 ml AgNO_3 ($c = 0,1 \text{ mol/l}$), 1 ml zředěného roztoku NH_3 ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) a 10 ml destilované vody. Tento roztok rozdělte do 3 zkumavek a přidejte redukční činidla.

1. zkumavka - cca 1 ml 0,05% roztoku síranu hydrazinu
2. zkumavka - cca 1 ml 2% glukosy
3. zkumavka - cca 1 ml 0,35% formaldehydu

Roztoky rychle promíchejte a sledujte vznik nanočástic stříbra pomocí Tyndallova jevu.

b) Příprava nanočástic zlata

Do tří zkumavek rozlijte cca po 1 ml roztoku chloridu zlatitého ($c = 0,001 \text{ mol/l}$) a přidejte redukční činidla.

1. zkumavka - cca 1 ml roztoku NH_3 ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) a poté cca 1 ml 0,05% roztoku síranu hydrazinu
2. zkumavka - cca 1 ml roztoku NH_3 ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) a potom 1 ml 3% H_2O_2
3. zkumavka - cca 2 ml 3% H_2O_2

Roztoky rychle promíchejte a sledujte vznik nanočástic stříbra pomocí Tyndallova jevu.

c) Příprava nanočástic platiny

Do dvou zkumavek nalijte cca po 1 ml roztoku kyseliny hexachloroplatičité ($c = 0,001 \text{ mol/l}$) a přidejte redukční činidla:

1. zkumavka - cca 1 ml roztoku NH_3 ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) a poté cca 1 ml 0,05% roztoku síranu hydrazinu
2. zkumavka - cca 2 ml 3% H_2O_2

Roztoky rychle promíchejte a sledujte vznik nanočástic stříbra pomocí Tyndallova jevu.

Pomůcky:

Zkumavky, kádinky

Další úkol:

Napište a vyčístele probíhající chemické reakce

Úkol č. 9**Příprava ferritů koprecipitací a metodou samovznícení****Příprava kobaltnatého ferritu koprecipitační reakcí**

Koprecipitace = spolusrážení. Kobaltnatý ferrit má složení CoFe_2O_4 , můžeme jej tedy připravit společným srážením kobaltnaté a železité soli ve stechiometrickém poměru roztokem hydroxidu sodného. Protože součiny rozpustnosti hydroxidu kobaltnatého a hydroxidu železitého jsou značně rozdílné, je třeba srážet poměrně rychle a za horka a zajistit přebytek hydroxidových iontů.

Sestavte rovnici reakce a vypočítejte potřebná množství vstupních chemikálií, je-li cílové množství 5 gramů CoFe_2O_4 (vstupní chemikálie: chlorid kobaltnatý hexahydrát, chlorid železitý bezvodý, hydroxid sodný).

Pomůcky:

3 kádinky 150 ml, 1 kádinka vysoká 400 ml (nebo i větší), tyčinka na míchání, teploměr, žihací porcelánový kelímek, Büchnerova nálevka.

Pracovní postup:

Vypočítané množství látek odděleně rozpustíte, pokud v nich jsou nečistoty, roztoky přefiltrujte a zahřejte na cca 60 °C. Za stálého míchání a zahřívání roztoky slijte, odděleně mějte připraven další roztok NaOH, při dosažení teploty nad 80 °C, přidejte opatrně roztok NaOH, tak aby výsledné pH bylo 12. Vzniklou suspenzi přiveďte k varu a třikrát dekantujte. (Dekantace – sraženina se nechá usadit, slije se roztok nad ní a nahradí horkou destilovanou vodou – rozmícháme, necháme usadit a tak opakujeme třikrát). Nakonec pevnou látku za horka přefiltrujte na Büchnerově nálevce, materiál vysušte při cca 130 °C. Získaný produkt rozetřete ve třecí misce a vyzkoušejte jeho reakci magnet. Pokud nereaguje – je třeba produkt přežhnout v peci v porcelánovém kelímku na teplotu cca 700 °C.

Výsledný produkt zvažte, vypočítejte výtěžek reakce a vyfotografujte reakci na magnet.

Příprava kobaltnatého ferritu SCS metodou

Metoda SCS (solution combustion synthesis, nebo někdy self combustion synthesis) představuje reakce, u kterých vzájemnou reakcí složek dojde k prudkému uvolnění tepla a průběhu chemické reakce, která by za studena neproběhla, nebo měla nízký výtěžek. Ferrity nejsou nejtýpější produktem, ale pro porovnání výsledků reakce jde o vhodný experiment.

Sestavte rovnici reakce a vypočítejte potřebná množství chemikálií, když vstupní množství bezvodého dusičnanu železitého je 1 gram (pozor k dispozici budete mít pravděpodobně nonahydrát – tedy navažujete více v poměru molekulových hmotností hydrátu a bezvodé soli).

Látky do reakce vstupující: dusičnan kobaltnatý, dusičnan železitý a pro každou čtveřici studentů jiný další reaktant, a to glycin, močovina, kyselina citronová, respektive glukóza. Produkty reakce: ferrit kobaltnatý, oxid uhličitý, voda ve formě vodní páry, molekulární elementární dusík.

Pokud máte problémy s řešením rovnice, aby odpovídala danému ději, vyzkoušejte nějakou aplikaci, která vám rovnici vyřeší (např.: <https://www.webqc.org/balance.php>).

Pomůcky:

kádinka 150 ml, tyčinka, elektrický vařič, třecí miska, případně porcelánový žihací kelímek, žihací pec.

Pracovní postup:

Vypočtené chemikálie rozpustíte v minimálním množství destilované vody a zahříváte za míchání na vařiči. Vypočítejte objem plynů, který se vyvine při reakci, uvažujeme-li jejich teplotu 200 °C (stavová rovnice). Průběh reakce dokumentujte fotografiemi nebo ještě lépe videem (uděláme si vnitřní soutěž o nejlepší dokumentaci). Produkt zvažte a stanovte výtěžek reakce, pokud vyjde přes 100 % je třeba produkt rozetřít ve třecí misce a dožít v porcelánovém kelímku na teplotu cca 800 °C. Vyzkoušejte reakci na magnet. Pokuste se najít strukturu nějakého ferritu a dokumentovat ji v protokolu (i s krystalovou mřížkou).

Úkol č. 10 [Kombi]**Vlastní příprava zadané sloučeniny**

Příprava zadané sloučeniny včetně návrhu přípravy, realizace, tvorby etikety na označení a prodejní aukce. Bude zadáno v průběhu cvičení.

[Kombi]: z oxidů lanthanoidů připravit dusičnany. Nano: citráty, glycináty, ethylendiamintetraacetáty vybraných kovů.

Na vše máte k dispozici 3 laboratorní cvičení, týden před prvním cvičením si připravíte seznam pomůcek a chemikálií, seznam, prosím dodejte týden předem, abychom měli čas na přípravu. Na prvním cvičení přípravu začnete, na druhém dokončíte, pokud bude potřeba, domluvte se s laborantkou na možnosti pracovat i mimo termíny cvičení. Co nejdříve si zajistěte charakterizaci připraveného produktu. Na třetím cvičení proběhne obhajoba protokolu.

Analýza	Telefon	Osoba	Pracoviště	Místnost
TGA, FTIR, Raman, UV/VIS	48 535 3417	Ing. Martin Stuchlík	Oddělení nanomateriálů v přírodních vědách	L2.018 vlevo
FTIR, Raman, UV/VIS		Ing. Jana Müllerová, Ph.D.		
SEM+EDX+WDX, optický mikroskop	48 535 3128	Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.	Oddělení přípravy a analýzy nanostruktur	F suterén, ze Studentského nám. vpravo
DSC, 3D optický mikroskop	48 535 3331 nebo 3379	Ing. Luboš Běhálek, Ph.D.	Oddělení tváření kovů a plastů	G přízemí vpravo
XRF, bodotávek, mikroskop	48 535 3579	Mgr. Martin Slavík, Ph.D.	Katedra chemie	H4.022

Zkratka	Metoda	Použití
bodotávek	stanovení teploty tání pomocí tepelného bloku	teplota tání
DSC	diferenční skenovací kalorimetrie	teplota tání, rozkladná teplota, množství vody
EDS	energie-disperzní rentgenová spektrometrie (také EDX = paprsky X)	prvkové složení mikroobjektů
FTIR	infračervená spektroskopie (IČ, IR) s Fourierovou transformací (FT)	stanovení funkčních skupin, příp. organických látek
mikroskop	světelná mikroskopie s polarizačním filtrem	mikrofotografie krystalů
Raman	Ramanova spektrometrie	stanovení funkčních skupin, které nelze detekovat v IČ
SEM	skenovací elektronový mikroskop	mikrosnímky objektů pod 1 μm
TGA	termogravimetrická analýza	čistota, množství vody
UV/VIS	spektroskopie ve viditelné a ultrafialové oblasti	spektrum, vlnová délka maxima, molární absorpční koeficient typicky pro barevné roztoky (VIS)
WDS	vlnově-disperzní rentgenová spektrometrie (také WDX = paprsky X)	prvkové složení mikroobjektů
XRF	rentgenová fluorescence	prvkové složení látek

Poznámky a tipy:

Webové stránky: <http://www.merck.com>; <http://chemspider.com>; <http://www.acdlabs.com/download/>

Katalogy firem: Merk, Aldrich, Sigma, Fluka.

Kol.: Chemie pro každého, SNTL, Praha 1969. (Kol.: Chemie pro všechny, SNTL, Praha 1990.)

Küster, F. W. - Thiel, A.: Chemicko-analytické výpočetní tabulky, Academia, Praha 1988.

Sýkora V.: Chemicko-analytické tabulky, SNTL, Praha 1976.