

KAMILA MELNIKOV

Návody na praktické cvičenia z analytickej chémie



TRNAVA 2024

TRNAVSKÁ UNIVERZITA V TRNAVE
FAKULTA ZDRAVOTNÍCTVA A SOCIÁLNEJ PRÁCE
KATEDRA LABORATÓRNYCH VYŠETROVACÍCH METÓD
V ZDRAVOTNÍCTVE



Autorka:

Mgr. Kamila Melnikov, PhD.

Recenzenti:

RNDr. Lucia Bocánová, PhD.

RNDr. Zuzana Gerši, PhD.

KAMILA MELNIKOV

Návody na praktické cvičenia z analytickej chémie



TRNAVA 2024

© Kamila Melnikov, 2024

ISBN 978-80-568-0640-1 (on-line)

DOI 10.31262/978-80-568-0640-1/2024

Obsah

Úvod	7
1 Základy laboratórnej techniky	8
1.1 Všeobecné zásady bezpečnej práce v laboratóriu	8
1.1.1 Prvá pomoc	10
1.2 Základné zariadenie a vybavenie chemického laboratória	13
1.3 Základné laboratórne úkony	23
1.3.1 Praktické cvičenie – meranie objemov	26
1.3.2 Praktické cvičenie – váženie	41
1.3.3 Praktické cvičenie – oddeľovanie zložiek zmesí ..	45
2 Analytická chémia v príkladoch	57
2.1 Látkové sústavy	57
2.1.1 Pomerné vyjadrenie zloženia sústav	58
2.1.2 Koncentračné vyjadrenie zloženia sústav	61
2.1.3 Hustota roztokov	64
2.1.3.1 Praktické cvičenie – meranie hustoty roztokov	64
2.2 Látkové bilancie v sústavách bez chemických dejov	70
2.2.1 Príprava roztokov rozpúšťaním tuhej látky	72
2.2.2 Príprava roztokov zmiešaním roztokov rôzneho zloženia	74
2.2.3 Príprava roztokov zriedovaním koncentrovaných roztokov	74
2.2.4 Príprava roztokov odparovaním rozpúšťadla (zahusťovanie roztokov)	75
2.3 Praktické cvičenie – počítanie príkladov	76

3 Odmerná analýza	80
3.1 Metódy odmernej analýzy	82
3.2 Indikátory	85
3.3 Technika a postup odmernej analýzy	90
3.4 Praktické cvičenie – acidobázická titrácia	92
Použitá literatúra	101

Úvod

Tieto skriptá sú určené študentom 1. ročníka bakalárskeho stupňa štúdia na Katedre Laboratórných vyšetrovacích metód v zdravotníctve na Fakulte zdravotníctva a sociálnej práce TU. Skriptá sú rozdelené do troch kapitol, pričom každá obsahuje teoretickú a praktickú časť, ktorá študentom slúži zároveň ako protokol, do ktorého si budú zapisovať okrem iného výpočty a výsledky k jednotlivým úlohám. V prvej kapitole skriptá sumarizujú základné laboratórne techniky, postupy a zručnosti využívané v chemickom laboratóriu (napr. práca s odmerným sklom, automatickými pipetami, váhami, či opis princípov vybraných metód slúžiacich na oddeľovanie zložiek zmesí a ich praktická aplikácia). Druhá kapitola je venovaná chemickým výpočtom, ktoré tvoria neoddeliteľnú súčasť výučby praktických cvičení z analytickej chémie. Teória a aj praktické cvičenie na konci kapitoly sú orientované najmä na príklady zamerané na zloženie a prípravu roztokov, ako aj na rôzne spôsoby kvantitatívneho vyjadrenia látkových sústav. Posledná kapitola sa zaoberá odmernou analýzou so zameraním na acidobázickú titráciu. Okrem prehĺbenia si teoretických vedomostí umožňuje absolvovanie cvičení z Analytickej chémie získať praktické zručnosti v chemickom laboratóriu, ktoré sú predpokladom úspešného zvládnutia praktických cvičení aj z ďalších predmetov počas štúdia.

Autorka

1 Základy laboratornej techniky

1.1 Všeobecné zásady bezpečnej práce v laboratóriu

Do laboratória študent vstupuje vždy iba v sprievode poverenej osoby. Pred každým experimentom si treba pozorne prečítať príslušný návod. Pri nejasnostiach požiadať o vysvetlenie vedúceho cvičenia. Pri práci treba postupovať presne podľa návodu.

Počas práce v laboratóriu treba používať ochranné okuliare a mať oblečený laboratórny plášť. Oblečenie pod plášťom by malo byť pohodlné a nemalo by zabraňovať v pohybe, zároveň by mala byť primeraná dĺžka rukávov a nohavíc, príp. šiat, aby počas pohybu v laboratóriu nestierali povrchy. Ďalšou nevyhnutnou podmienkou pre bezpečnú prácu v laboratóriu je pevné zopnutie dlhých vlasov, čím sa eliminuje riziko ich znečistenia, poškodenia alebo zapálenia. Takisto je nevyhnutná v laboratóriu vhodná obuv, ktorá ochráni nohu pred rozbitým sklom, rozliatymi a rozsypanými chemikáliami. Pri narábaní so žieravinami a jedovatými látkami treba použiť ochranné rukavice. Prácu s látkami uvoľňujúcimi jedovaté alebo dráždivé výpary treba vykonávať v digestóriu.

Do laboratória smú študenti nosiť iba najnutnejšie pomôcky určené na laboratórne cvičenie. Svoje okolie v laboratóriu študent udržiava v poriadku (pracovný stôl; plochy, s ktorými prichádza do kontaktu), pracuje rozvážne a pri nejasnostiach sa obracia na vedúceho cvičenia.

Laboratórne prístroje a zariadenie smie študent používať až po dôkladnom oboznámení s návodom na obsluhu. To sa týka vákuových výev, rotačných vákuových púmp, plynových tlakových nádob a elektrických zariadení.

Pri zostavovaní aparatúry na experiment treba skontrolovať sklo, či nie je prasknuté alebo nalomené (osobitne dôležité pri práci

za zníženého tlaku). Treba taktiež skontrolovať, či je aparátúra dobre upevnená v držiakoch a na stojanoch.

V záujme predchádzania požiaru sa treba vyhýbať používaniu otvoreného ohňa a využívať v závislosti od potreby vodné a olejové kúpele, elektrické variče, prípadne elektrické ohrevné hniezda. V prípade potreby použitia otvoreného ohňa nikdy nezapaľovať kahan predtým ako skontrolujeme, či sa v blízkosti nenachádza otvorená fľaša s horľavým rozpúšťadlom, prípadne inou horľavou organickou zlúčeninou.

Použitie laboratórne pomôcky študent odkladá do pripravených nádob, určených na dezinfekciu a sterilizáciu alebo do nádob s dezinfekčným roztokom. Študent je povinný pracovať bezpečne s materiálom tak, aby nedošlo k jeho rozšíreniu (napr. rozliatiu).

Úraz, prípadne poranenie počas práce na cvičení študent ihneď oznámi vedúcemu cvičenia a podľa jeho inštrukcií a za jeho asistencie situáciu rieši.

V laboratóriu je zakázané jesť, piť, fajčiť a odnášať akékoľvek predmety. Pred odchodom z laboratória na prestávku alebo na záver cvičenia (pracovnej doby) si treba dôkladne umyť ruky mydlom alebo iným vhodným dezinfekčným roztokom.



Obr. 1: Niektoré medzinárodné symboly označujúce charakter rizika pri práci s chemickými látkami

1.1.1 Prvá pomoc

Poskytnutie prvej pomoci je nielen prirodzenou (morálnou) povinnosťou každého občana, ale aj povinnosťou, ktorá vyplýva z Trestného zákona č. 300/2005 Z. z. § 177. Prvá pomoc sa musí poskytovať pri všetkých úrazoch, otravách a náhlych ochoreniach. Základným pravidlom pri poskytovaní prvej pomoci je robiť všetko, čo stav postihnutého vyžaduje a čoho je záchranca schopný, ale len v takom rozsahu, ktorý bezpečne ovláda.

Pri poskytovaní prvej pomoci treba dodržať nasledujúci postup:

- najprv treba zistiť druh príhody (odstrániť alebo prerušiť pôsobenie vyvolávajúce príčiny a umožniť poskytnutie prvej pomoci),
- zorientovať sa v rozsahu poškodenia a zdravotnom stave postihnutého (posúdenie stavu bezprostredného ohrozenia života a postihnutia bez bezprostredného ohrozenia života),
- vykonať opatrenia zachraňujúce život, poskytnúť ďalšiu prvú pomoc podľa stavu postihnutého a účinnými opatreniami zabrániť vzniku alebo rozvoju komplikácií,
- zorganizovať ďalšiu pomoc (zabezpečiť šetrný a rýchly odvoz postihnutého do zdravotníckeho zariadenia a zabezpečiť správdzanie postihnutého),
- odovzdať postihnutého do sústavy rýchlej zdravotníckej pomoci.

Ďalej v texte si opíšeme najčastejšie laboratórne nehody a spôsob podávania prvej pomoci v konkrétnych situáciách:

- **Úrazy pri práci so sklom** – pri úraze porezaním zistíme najprv rozsah poranenia a v prípade, že v rane je kus skla, odstránime ho sterilnou pinzetou. Charakteristickým znakom je krvácanie, bolesť, strata alebo poškodenie tkaniva. Malé rany vydezinfikujeme a obviažeme sterilným obvazom. Väčšie tržné alebo rezné rany vyžadujú predovšetkým zastavenie krvácania. Krvácanie zo žily (krv vyteká plynulým prúdom) zastavujeme priamym stlačením rany prstami alebo tlakom dlane cez sterilný obvaz.

zový materiál a priložením tlakového obväzu. Prietok krvi sa nesmie prerušiť úplne. Pri krvácaní z veľkých tepien (krv pulzujúco strieka) sa pokúsime obmedziť krvácanie nepriamym stlačením tepny v tlakovom bode, čo najbližšie k rane. Tlakový obväz umiestnime medzi ranou a srdcom maximálne však na 15 minút. Je nevyhnutné okamžite vyhľadať lekársku pomoc.

- **Poleptanie žieravinou** – t. j. silnou kyselinou alebo zásadou, je bežným úrazom. Účinok týchto látok je lokálny, dráždia pokožku a sliznice dýchacích ciest. Pri manipulácii so žieravinami je nutné používať ochranný odev a rukavice, okuliare, prípadne štít. Poleptanie sa prejavuje bolesťou sprevádzanou začervenaním až vznikom pľuzgierov a nekróz na pokožke. Vo vážnych prípadoch dochádza až k šoku. Vo všeobecnosti sa poleptanie kyselinou považuje za menej vážne, pretože na rozdiel od zásad, kyseliny zrážajú bielkoviny a spôsobujú tzv. koagulačné nekrózy, ktoré sú povrchové a ľahšie sa hoja a ošetrujú. Koncentrované zásady bielkoviny rozpúšťajú a pritom prenikajú hlboko do zdravého tkaniva. Hojenie takýchto rán je zdĺhavé a pomalé, často zanecháva hlboké a deformujúce jazvy. Pri postriekaní žieravinami postihnuté miesto umývame prúdom vody, premočený odev a obuv okamžite vyzlečieme (môžu rozhodovať aj sekundy). Po dôkladnom omytí je možné urobiť neutralizáciu. Poleptanie kyselinou neutralizujeme 3 – 10 % roztokom hydrogénuhličitanu sodného alebo mydlovou vodou. Priložíme aseptický obväz navlhčený neutralizačným roztokom a urýchlene vyhľadáme lekársku pomoc. Poleptanie hydroxidom neutralizujeme 3 % roztokom kyseliny citrónovej alebo octovej, popri prípade veľmi zriedeným roztokom octu. Kvapalné a tuhé žieravé chemické látky, ktoré sa dostali do oka, okamžite vyplachujeme prúdom vody. Rýchly zásah často rozhoduje o záchrane zraku. Nikdy sa nepokúšame o neutralizáciu kyseliny alebo zásady!
- **Popálenie a obarenie** – k ich vzniku dochádza buď prostredníctvom priameho kontaktu s plameňom kahana, špirálou elektrospotrebiča, alebo v dôsledku vzplanutia horľavých pár a kvapalín a pod. Z rozsahu a hĺbky popáleniny môžeme odhadnúť aj

jej závažnosť. Rozoznávame niekoľko stupňov popálenín (povrchové, stredne hlboké a hlboké), ktoré je však niekedy ťažké rozlíšiť. Veľké popáleniny určite zahŕňajú všetky stupne a môžu viesť u postihnutého k šoku. Pri poskytnutí prvej pomoci sa odporúča nasledujúci postup:

1. zastaviť pôsobenie tepla, respektíve prúdu,
 2. chladiť popálené miesto studenou vodou, prípadne ľadom,
 3. nedotýkať sa popáleného miesta bez použitia sterilného materiálu,
 4. nestrhávať priškvarený odev, nenanášať zasypy ani masti,
 5. tekutiny podávať len obmedzene, nikdy nepodávať alkohol ani kávu,
 6. ak je postihnutý v bezvedomí, uvoľniť dýchanie a začať s oživovaním,
 7. neodkladne zabezpečiť rýchlu zdravotnícku pomoc pri príznakoch šoku, hlbokých popáleninách, prípadne povrchových, ale rozsiahlych popáleninách
- **Otrava chemickými látkami vdýchnutím alebo požitím** – pri bežnom zahrievaní, rozliatí, pri neuzatvorení zásobnej nádoby, v priebehu reakcie, pri horení a pod. môže dochádzať k vytváraniu oblaku pár a plynov uvoľňujúcich sa do priestoru laboratória. Zvýšená koncentrácia pár alebo plynov môže vyvolať otravu vdýchnutím, inhaláciou. Otravy môžu byť vyvolané aj náhodným alebo úmyselným požitím chemických látok, prípadne prienikom škodlivej látky cez pokožku alebo sliznicu pri neopatrznej manipulácii. V prípade vdýchnutia chemickej látky vyvedieme postihnutého zo zamoreného miesta, a keď je pri vedomí snažíme sa zistiť, akou látkou sa otrávil. Ak je to možné, zabezpečíme jej zvyšok, zistíme dĺžku expozície látky, prípadne ďalšie údaje, ktoré poskytneme lekárovi. V prípade, že postihnutý je v bezvedomí, uložíme ho do stabilizovanej polohy na boku, zabezpečíme mu dostatok čerstvého vzduchu a okamžitú lekársku pomoc. Pri požití škodlivej látky sa snažíme zriediť obsah žalúdka pitím vody alebo vyvoláme vracanie. Vracanie sa nesmie vyvolávať pri požití kyselín, zásad, benzínu, petroleja,

pri krčoch, pri tehotenstve a pri celkove zlom zdravotnom stave postihnutého. V žiadnom prípade nepodceňujeme lekárske vyšetrenie ani vtedy, keď príznaky otravy sú len nepatrné.

1.2 Základné zariadenie a vybavenie chemického laboratória

Laboratórny stôl

Základným zariadením je laboratórny stôl, ktorý môže mať rôznu konštrukciu. Jeho povrch je pokrytý ľahko umývateľnou, nehorľavou hmotou odolnou proti chemikáliám. Laboratórne stoly sú vybavené prívodmi studenej i teplej vody, plynu prípadne stlačeného vzduchu, rozvodom elektrickej energie a tiež odvodom odpadovej vody. Na konci stola býva obvykle výlevka z materiálu odolného proti chemikáliám (napr. glazúrovaná keramika) spolu s prívodom teplej a studenej vody určenej na umývanie pomôcok a potrieb. Nad laboratórnym stolom býva obvykle polička na odkladanie chemikálií, prípadne iných laboratórných potrieb. Spodná časť stola je vybavená skrinkami s poličkami alebo zásuvkami a je vyhradená na ukladanie laboratórneho skla, lapákov, filtračného papiera, chemikálií a pod. Elektrické vedenie musí byť uložené izolovane v zabezpečovacích rúrkach, vyústenie musí byť v krytých zásuvkách, chránených pred koróziou so zreteľným označením napätia.

Digestórium

Jednotlivé miestnosti sa zariaďujú podľa svojho určenia príslušným nábytkom. Pri práci s chemickými látkami uvoľňujúcimi agresívne, zdraviu škodlivé, alebo neprijemne zapáchajúce plyny, alebo látkami horľavými či výbušnými používame digestórium. Je to zasklená drevená alebo kovová skriňa s posuvnou prednou stenou umožňujúcou jeho uzavretie a súčasné pozorovanie chemických dejov v ňom prebiehajúcich.

Sušenie a zahrievanie látok

K bežnému zariadeniu laboratória patrí aj **sušiareň**. Služi na regulované zohrievanie látok na konštantnú teplotu. Používa sa na sušenie pripravených látok, sušenie, prípadne zohrievanie laboratórneho skla a iných pomôcok. Na zahusťovanie a zahrievanie roztokov sa používa **vodný kúpeľ**. Je obvyčajne prispôsobený na zohrievanie viacerých roztokov nad vodnou parou. Na zohrievanie kvapalín sa používa **výhrevné hniezdo** alebo magnetická miešačka, ktorá súčasne umožňuje kvapalinu zohrievať a miešať magnetickým miešadlom. Množstvo chemických reakcií prebieha lepšie a s vyšším výťažkom pri teplote vyššej, ako je teplota laboratória. Na zvýšenie teploty sa najčastejšie využívajú **plynové kahany**. Plyn horí v zmesi so vzduchom. Množstvo prívádzaného vzduchu určuje, či získame plameň svietivý, málo výhrevný (bez pridávania vzduchu); alebo nesvietivý, silne výhrevný (s prívodom vzduchu). Existujú plynové kahany klasické, napr. Bunsen (obr. 2A), Teclu (obr. 2B), prenosné, ktoré sa pripájajú k náplni plynu (*cartridge*), a elektronické, ktoré sa zapájajú do elektrickej siete (obr. 2C). Elektronické plynové kahany s ovládaním pomocou nožného pedálu sú vhodné na použitie v digestóriách a laminárnych boxoch. Ďalej z elektrických zariadení sa v laboratóriu používajú najčastejšie **va-riče a vykurovacie platne**.



Obr. 2: A – kahan Bunsen s ihlovým ventilom, B – kahan Teclu s ihlovým ventilom, C – elektronický plynový kahan

Destilačný prístroj

Na prípravu roztokov z vody zbavenej rozpustných minerálnych látok sa používa destilovaná voda. Preto k bežným doplnkom zariadenia laboratória patria destilačné prístroje a zásobné nádoby na destilovanú vodu, ktoré môžu byť sklenené, kameninové alebo plastické s objemom 50 až 100 litrov s vypúšťacím kohútom v spodnej časti (obr. 3). Pre menej náročné práce sa destilovaná voda nahrádza demineralizovanou vodou (zbavenou rozpustných solí chemicky na ionmeničoch). Môže mať svoj samostatný prívod alebo sa uchováva v podobných nádobách ako destilovaná voda.



Obr. 3: Destilačný prístroj

Váhy

Dôležitou súčasťou takmer každej laboratórnej práce je váženie. Preto sú v laboratóriách umiestnené aj rýchlováhy (predvážky), ktoré umožňujú rýchlo zistiť hmotnosť látok (reaktantov, produktov a pod.) s presnosťou obvykle 0,01 g (obr. 4A). Pri presnejších prácach sa váženie na predvážkach dopĺňa vážением na analytických váhach s presnosťou 0,0001 g a viac (obr. 4B). Analytické váhy

sa umiestňujú na špeciálne konštruované stoly, ktoré ich chránia pred otrasmi. Prašnosť a vlhkosť vzduchu musí byť čo najmenšia.



A B
Obr. 4: A – predvážky, B – analytické váhy

Laboratórne sklo

Kadičky

Chemické operácie vykonávame zväčša v chemických nádobách. Kvapaliny zohrievame v tenkostenných kadičkách nízkeho alebo vysokého typu a rôznych tvarov s výlevkou alebo bez nej (obr. 5). Podľa pomeru výšky a priemeru sa delia na vysoké a úzke. Vyrábajú sa v objemoch 5 ml až 10 l. Kadičky nezahrievame priamo v plameni, ale cez kovovú sieťku. Nehodia sa na kryštalizáciu a na uchovávanie prchavých rozpúšťadiel. Hrubostenné kadičky z bežných druhov skiel neznašajú zohrievanie, ale sú mechanicky oveľa pevnejšie.



Obr. 5: Kadičky rôznych tvarov

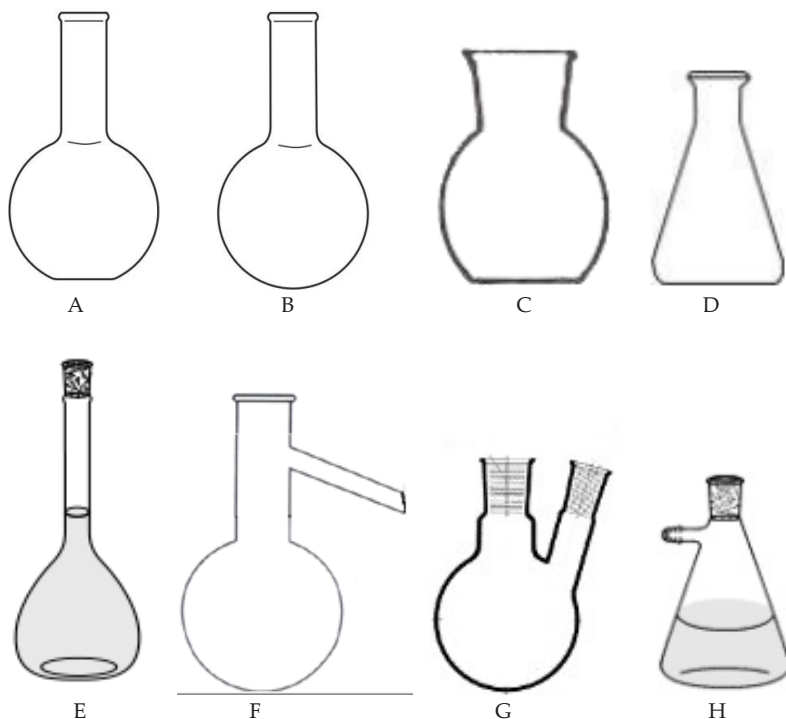
Skúmavky

Na reakcie s malými množstvami látok slúžia reagenčné skúmavky. Patria k najpoužívanejšiemu laboratórnemu sklu. Sú to valcovité nádoby vyrobené z kvalitného skla. Poznáme niekoľko typov skúmaviek. Tenkostenné skúmavky sa používajú na analytické reakcie. Možno ich zahrievať aj priamo na plameni. Hrubostenné skúmavky sa používajú hlavne na centrifugovanie. Pri mikroanalýze sa používajú odsávacie skúmavky s postranným tubusom.

Banky

Pri práci v chemickom laboratóriu sa často používajú banky rozličných veľkostí a tvarov. Banky s plochým alebo guľatým dnom a s dlhým alebo krátkym hrdlom sa môžu používať na zahrievanie a tiež ako reakčné nádoby. **Varné banky** majú guľovitý tvar s guľatým alebo plochým dnom, ktoré slúžia na zahrievanie kvapalín za normálneho tlaku (obr. 6A,B). Podobné banky so širokým a krátkym hrdlom a plochým dnom s objemom max. 250 ml sa nazývajú **titračné** (obr. 6C). Líšia sa od varných hrúbkou a odolnosťou voči teplote. Nie sú totiž odolné voči zvyšovaniu teploty. Výhodný tvar pre prácu s usadeninami majú kuželové (Erlenmeyerove) banky. **Erlenmeyerove banky** sú nádoby s úzkym alebo širokým hrdlom a plochým dnom (obr. 6D). Vyrábajú sa v objemoch 25 ml až 5 l. Kónické zúženie zabraňuje väčšiemu odparovaniu, umožňuje krátkodobé zahrievanie bez spätného chladiča, hlavne vtedy, keď hrdlo banky prekryjeme hodinovým sklíčkom a kúskom ľadu. Celé vnútro banky je dostupné tyčinkou. Používajú sa na kryštalizáciu, ako reakčné nádoby, na zahrievanie roztokov a je možné do nich zachytávať destiláty. Nie je možné ich používať na akúkoľvek prácu za zníženého tlaku, ako to platí pre všetky tenkostenné banky s plochým dnom. **Odmerné banky** sú sklenené úzkohrdlové banky, obyčajne so zábrusovou zátkou, ale aj bez nej (obr. 6E). Sú kalibrované na určitý objem, po znamienko vyznačené na hrdle (obvykle 50 – 1000 ml). Znamienko na banke je kruhové a pri odmeriavaní kvapaliny treba, aby sa opticky predná strana kryla so zadnou stranou, kruhové znamienko sa má totiž javiť ako priamka a meniskus

tekutiny sa má dotýkať rysky dolným okrajom. Odmerné banky používame na prípravu roztokov o známej koncentrácii a pokiaľ možno presnej koncentrácii. **Frakčné banky** majú predĺžené hrdlo s postranným tubusom slúžiacim na odvádzanie vznikajúcich pár alebo plynov (obr. 6F). Používajú sa na destiláciu a aj ako predloha na zachytávanie destilátu. Pre mnohé operácie sú vhodné viac hrdlové banky. Destilácie látok je možno realizovať v aparátúrach rôznej veľkosti a konštrukcie. Výber vhodnej aparatúry sa popri možnostiach zariadenia laboratória riadi predovšetkým vlastnosťami destilovaných látok, ich množstvom a cieľom, ktorý sa má destiláciou dosiahnuť. Ako **destilačné banky** sa používajú banky

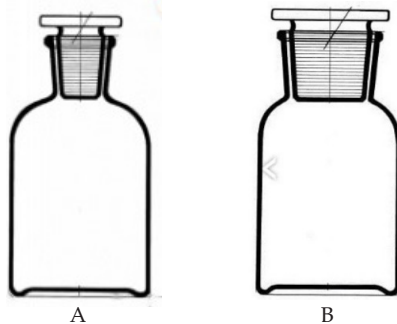


Obr. 6: A – varná banka s plochým dnom, B – varná banka s guľatým dnom, C – titračná banka, D – Erlenmayerova banka, E – odmerná banka, F – frakčná banka, G – destilačná banka, H – odsávací banka

s guľatým dnom (frakčné a varné banky) a banky hruškovitého, srdcovitého tvaru alebo niekedy aj v tvare slzy (obr. 6G). Destilačná banka má mať vhodný objem, aby ju destilovaná kvapalina zaplnila maximálne do dvoch tretín. Do banky sa k destilovanej kvapaline pridávajú obvykle tzv. varné telieska (úlomky porcelánu, sklenej frity alebo iných materiálov s nerovnomerným povrchom), na povrchu ktorých sa ľahko uvoľňujú pary. Tým sa zabráni vzniku utajeného bodu varu, čo je lokálne prehriatie kvapaliny a náhle uvoľnenie pár. Na vysoko vriace kvapaliny sa používajú banky s krátkym hrdlom a na nízko vriace kvapaliny musí byť cesta od hladiny kvapaliny po vstup do chladiča zase dlhšia, aby sa mohla ustáliť rovnováha medzi destilovanou kvapalinou a jej parami. Hrubostenná tzv. **odsávací banka** (obr. 6H) slúži na filtráciu za zníženého tlaku. Používa sa len na tento účel, v žiadnom prípade v nej nie je možné realizovať chemické operácie, plniť ich horúcimi kvapalinami alebo dokonca zahrievať.

Fľaše

Samozrejmovú výbavou chemického laboratória sú rôzne typy fliaš, ktoré slúžia na uchovávanie chemikálií izolovane od vonkajšieho prostredia. Vyrábajú sa vo veľkostiach od 50 ml do 10 l. **Reagenčné fľaše** úzkohrdlové, ktoré sa uzatvárajú korkovou alebo gumovou zátkou, sa nazývajú liekovky a používajú sa na uchovávanie kvapalných reagentov (obr. 7A). Tuhé (práškové) chemi-

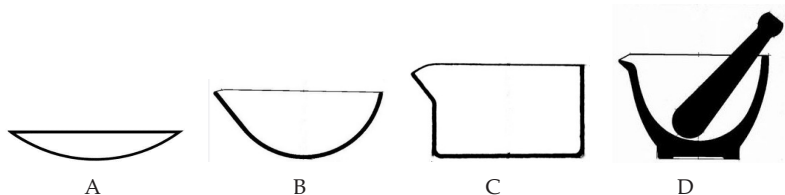


Obr. 7: A – reagenčná fľaša, B – prachovnica

kálie sa uchovávajú v širokohrdlových fľašiach – **prachovniciach** (obr. 7B). Obidva druhy fliaš sú zo svetlého alebo tmavého skla a používajú sa podľa citlivosti chemikálií na svetlo. Prchavé látky, napr. koncentrované kyseliny alebo špeciálne činidlá, citlivé na vzdušnú vlhkosť, sú uchovávané vo fľašiach so zabrusenou zátkou a zabruseným skleneným klobúčikom. Dost často sa používajú na uchovávanie chemikálií aj nádoby z plastických hmôt. Malé nádoby s rôznym typom uzáveru sa nazývajú vzorkovnice.

Hodinové sklíčka sú kruhové mierne vypuklé sklá, ktoré v závislosti od veľkosti slúžia na prekryvanie kadičiek a na sušenie alebo odparovanie malých množstiev prchavých rozpúšťadiel napr. pri kryštalizácii (obr. 8A).

Medzi nádoby z porcelánu patria misky rôzneho tvaru, ktoré slúžia na odparovanie – **odparovacie misky** (obr. 8B), zahusťovanie, kryštalizáciu – **kryštalizačné misky** (obr. 8C), ďalej sem radíme **trece misky** (obr. 8D).



Obr. 8: A – hodinové sklíčko, B – odparovacia miska, C – kryštalizačná miska, D – trecia miska

Drobné kovové pomôcky

Aby sa potrebné chemické reakcie mohli robiť čo najúčelnejšie, treba zo sklenených nádob a základných dielcov najrozličnejších tvarov zostavovať zložitejšie prístroje a aparatúry. Základnou súčasťou laboratórneho náradia sú **stojany** rôznej veľkosti (obr. 9A). Najčastejšie sa používajú stojany doskové alebo s trojnožkou. Na upevnenie jednotlivých nádob a častí prístrojov sa používajú **lapáky** (obr. 9B). Pri skúmovkových reakciách za horúca sa využívajú lapáky na skúmovky. Lapáky sa používajú samostatne alebo s vy-



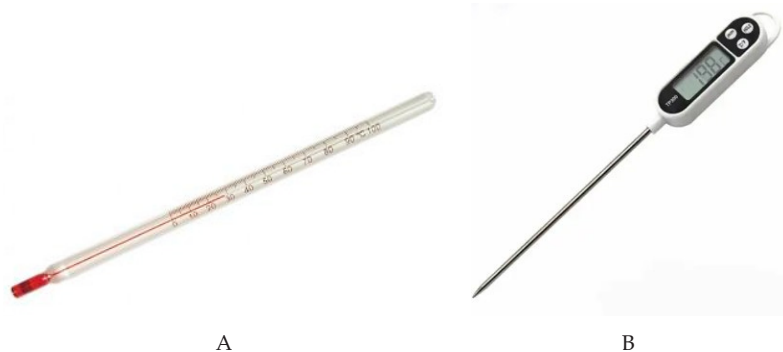
Obr. 9: A – stojany rôznych veľkostí, B – lapáky, C – krížová dvojité svorka, D – trojnožka, E – sieťka nad kahan, F – varné železné kruhy, G – kruhy na filtráciu, H – kliešte, I – pinzeta, J – obojstranná lyžička, K – špachtľa

užitím **svoriek**, ktorými sa pripájajú na stojany (obr. 9C). Sklenené kadičky a banky zahrievame na **trojnožkách** (obr. 9D) prikrytých **drôtenými siečkami** s azbestovou vrstvou uprostred (obr. 9E). Na zohrievanie sklenených baniek v aparátúrach sa využívajú **železné kruhy**, ktoré môžu mať svorky, umožňujúce meniť vzdialenosť kruhu od stojana (obr. 9F). Umožňujú nám tiež reguláciu vzdialenosti kahana od zohrievanej nádoby. Na upevnenie filtračného lievika sa používa **filtračný kruh** (obr. 9G). Od železného kruhu sa odlišuje tým, že má ešte drevenú, plastovú alebo inú nekovovú vložku, ktorá zabraňuje priamemu kontaktu skla s kovom. Horúce predmety prenášame v rôznych dlhých téglikových **kliešťach**, s rovnými alebo zahnutými čelustami (obr. 9H). Na jemnú manipuláciu používame v laboratóriu **pinzety** (obr. 9I), na naberanie látok **lyžičky** (obr. 9J) alebo špachtle (obr. 9K). Na sušenie a odkladanie pipiet, resp. skúmaviek slúžia špeciálne kovové alebo drevené stojany.

Teplomery

Na meranie teplôt sa v praxi používajú najmä tieto **druhy teplomerov**: kvapalinové, plynové, odporové, optické a termočlánky. Pri kvapalinových teplomeroch sa určuje teplota na základe tepelnej rozťažnosti kvapaliny. Najčastejšie sa používa Hg, lebo je tekutá v rozmedzí 38 °C až +237 °C pri tlaku 100 kPa, nezmáča sklo a má konštantný koeficient tepelnej rozťažnosti. Veľmi dobré odčítanie vyplýva z jej nepriehľadnosti a veľkej reflexnej schopnosti. Zväčšenie teplotného intervalu dosiahneme zvýšením tlaku inertného plynu v kapiláre, čím sa zvýši bod varu Hg až na 750 °C. Teplomery určené na meranie teplôt sa plnia aj inými kvapalinami, čo závisí od rozsahu meraných teplôt. **Ortuťové teplomery** sa vyrábajú s rôznou presnosťou a rôznej úprave (obr. 10A). **Odporové teplomery** sú založené na závislosti elektrického odporu kovov Fe, Ni, Cu, Pt a polovodičov od teploty (obr. 10B). Zmena odporu vyvolaná zmenou teploty sa registruje výchylkou galvanometra, ktorého stupnica je ciachovaná priamo v stupňoch Celzia. Majú veľmi malú tepelnú kapacitu, a preto sú veľmi citlivé, vhodné na meranie v rozmedzí 200 až +1 000 °C. Výhodné sú na diaľkový prenos teplotných

údajov. **Termoelektrické články** sa uplatňujú pri meraní teploty od 200 do 2 000 °C. Ich činnosť je založená na termoelektrickom jave. V podstate sa skladajú z dvoch kovových drôtov, ktoré sú na oboch koncoch spojené. Pri udržiavaní jedného spoja (studeného alebo porovnávacieho) na konštantnej a známej teplote je termodynamické napätie funkciou teploty merného (teplého) spoja. Pretekajúci prúd sa meria miliampérmetrom, ciachovaným v °C.



Obr. 10: A – ortuťový teplomer, B – odporový teplomer

1.3 Základné laboratórne úkony

Odmeriavanie presného objemu kvapalín je jednou zo základných a veľmi dôležitých laboratórnych činností, pri ktorej sa využívajú rôzne druhy odmerných nádob, najčastejšie odmerné valce, odmerné banky, pipety a byrety. Odmerné nádoby dodávajú výrobcovia s deklarovanou hodnotou objemu so zárukou, že skutočný objem je v rámci intervalu dovolenej odchýlky podľa triedy presnosti, ktoré sa označujú „A“, „B“, „C“. Najužší interval platí pre odmerné nádoby triedy „A“. Bližšie sa téme správneho odmeriavaniu objemov s využitím jednotlivých odmerných nádob budeme venovať v podkapitole 1.3.1.

Váženie slúži na určenie hmotnosti látok. Podľa toho, aké množstvo látky a s akou presnosťou potrebujeme odvážiť, použi-

vame rôzne druhy váh. Váhy, ktoré sa používajú v chemickom laboratóriu sa dajú rozdeliť podľa niekoľkých hľadísk. Najbežnejšie je delenie podľa citlivosti, teda na koľko desatinných miest (v gramoch) sú schopné vážiť, a podľa svojej konštrukcie. Podľa citlivosti ich delíme na predvážky (váhy vážiace s presnosťou na celé gramy, na jedno alebo dve desatinné miesta), semianalytické váhy (váhy vážiace s presnosťou na tri desatinné miesta) a analytické váhy (váhy vážiace s presnosťou na štyri desatinné miesta). Na základe konštrukcie váhy delíme na optomechanické (dnes sa už používajú minimálne, pretože ich nahradili elektronické váhy) a elektronické (sú dnes najmodernejšie, predstavujú najčastejšie používaný druh váh). Bližšie sa najpoužívanejším typom váh, ako aj zásadám ich správneho používania budeme venovať v podkapitole 1.3.2.

Zahrievanie patrí medzi základné operácie v laboratóriu, pretože väčšina reakcií prebieha dostatočnou rýchlosťou iba pri zvýšenej teplote. Zahrievať môžeme priamo v plameni plynového kahanu (jednotlivé typy plynových kahanov, ako aj princípy ich fungovania sú opísané vyššie v podkapitole 1.2) alebo vo vodnom kúpeli. Jednoduchý vodný kúpeľ si pripravíme zahrievaním kadičky s vodou, do ktorej vložíme skúmavky s reagujúcimi látkami.

Filtrácia je metóda na oddeľovanie nerozpustných tuhých látok od kvapalín alebo plynov na základe rozdielnej veľkosti častíc. Najčastejšie sa využíva na oddeľovanie tuhej látky od kvapalnej pomocou filtračného zariadenia. Tuhá látka sa zachytáva na filtri, ktorým môže byť filtračný papier, tkanina alebo piesok. Kvapalná zložka preteká filtrom, pod ktorým sa v nádobe zachytáva a hromadí tzv. filtrát. Filtrácia sa môže vykonávať pri atmosférickom tlaku, za zníženého tlaku v priestore pod filtrom alebo za zvýšeného tlaku v priestore nad filtrom. Bližšie sa filtrácii budeme venovať v podkapitole 1.3.3.

Dekantácia je spôsob oddelenia tuhej látky od kvapalnej voľným usadením tuhých častíc pôsobením gravitácie. Je to najjednoduchší spôsob oddeľovania tuhej fázy od kvapalnej. Postupujeme tak, že zrazeninu necháme usadiť – sedimentovať, roztok nad zrazeninou opatrne odlejeme a znova dolejeme čisté rozpúšťadlo

(vodu). Zrazeninu dôkladne premiešame a necháme usadiť. Tento postup niekoľkokrát opakujeme

Centrifugovanie na rozdiel od filtrácie, umožňuje rýchlejšie a najmä pohodlnejšie oddeliť látky s rôznou hustotou pomocou odstredivej sily. Dôležité je, aby protiľahlé centrifugačné skúmavky pri centrifugovaní boli vyvážené. Centrifugovaním sa docieli rozvrstvenie jednotlivých fáz. Kvapalná fáza, ktorá sa nachádza na povrchu skúmavky, sa nazýva supernatant a pevná fáza naspodku je sediment.

Kryštalizácia je jednou z metód čistenia organických aj anorganických látok. Je to proces vylúhovania tuhej fázy istej látky z jej roztoku, taveniny alebo z plynného stavu v kryštalickej forme. V chemickom laboratóriu sa najčastejšie používa kryštalizácia z roztoku. Kryštály sa vylučujú z nasýteného roztoku, pričom znečisťujúce prímesi zostávajú v matečnom lúhu. Kryštalizácii sa budeme bližšie venovať v podkapitole 1.3.3.

Destilácia je metóda, ktorá sa používa na čistenie kvapalín alebo na oddeľovanie zmesí kvapalných látok s odlišnými teplotami varu. Kvapalná zmes sa zahreje na teplotu varu a vzniknutá para kondenzuje. Teplota varu je taká teplota, pri ktorej sa tlak nasýtených pár kvapaliny rovná vonkajšiemu tlaku. Prchavejšie zložky kvapalnej zmesi obohacujú zloženie pary, takže plynná fáza bude mať iné zloženie ako kvapalná zmes. Jednoduchou jednostupňovou destiláciou nie je možné dokonale oddeliť jednotlivé zložky kvapalnej zmesi. Preto sa namiesto jednoduchej destilácie používa frakčná destilácia. Postup destilácie sa v laboratóriu zvolí podľa povahy kvapalnej zmesi. V prípade kvapalín, ktoré sú dostatočne prchavé a so zvyšovaním teploty sa nerozkladajú, využívame destiláciu pri atmosférickom tlaku (jednoduchú destiláciu). Ak chceme dosiahnuť dôkladné rozdelenie zmesi dvoch kvapalín jedinou destiláciou v jednoduchej aparátúre, musia sa ich teploty varu líšiť aspoň o 50 °C a destilované látky nesmú vytvárať azeotropné zmesi (t. j. zmesi s konštantnou teplotou varu, ktoré majú rovnaké zloženie pary a kvapaliny).

Sublimáciou nazývame prechod látky z tuhého skupenstva priamo do plynného bez predchádzajúceho topenia, teda bez pre-

chodu cez kvapalné skupenstvo. Po zahriatí unikajú z tuhej zmesi pary oddeľovanej zložky, ktoré sa po ochladení premieňajú späť na tuhú látku (desublimácia).

Extrakcia je metóda používajúca sa na oddeľovanie tuhej alebo kvapalnej látky zo zmesi na základe jej odlišnej rozpustnosti v rôznych rozpúšťadlách, ktoré sa s ostatnými zložkami pôvodnej zmesi nemiešajú alebo sa s nimi miešajú len obmedzene. Extrakcia z tuhých látok sa nazýva niekedy aj vylúhovanie. Výsledkom je vytvorenie 2 fáz: extrakt a rafinát.

1.3.1 Praktické cvičenie – meranie objemov

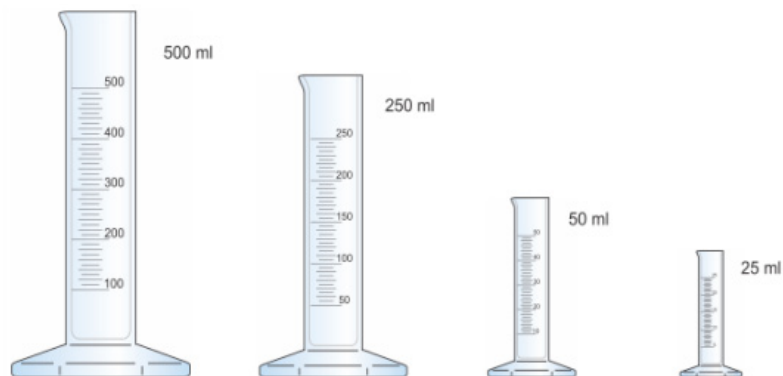
Téma č. 1: Meranie objemov

Teória: Objem je fyzikálna veličina, ktorej jednotka v SI sústave je meter kubický (m^3). V chemickej laboratórnej praxi sa používa tisíckrát menšia jednotka – decimeter kubický (dm^3), prípadne miliónkrát menšia jednotka – centimeter kubický (cm^3). V laboratóriách je pre objem zaužívanou jednotkou liter (l) a jej zlomky mililiter (ml), prípadne mikroliter (μl). Liter je vedľajšia jednotka sústavy SI. Pre jednotky objemu platí: 1 liter = $1 dm^3$ a 1 mililiter = $1 cm^3$. Odmeriavanie presného objemu kvapalín je jednou z dôležitých laboratórnych činností, od ktorej významne závisí hodnota výsledkov analýz. Používajú sa odmerné nádoby, ktoré sú kalibrované spravidla pri teplote $20\text{ }^\circ\text{C}$, čo je na nich vždy vyznačené. Niektoré odmerné nádoby sú kalibrované na doliatie (označenie In), čo znamená, že objem uvedený na skle sa získa doliatím kvapaliny po určitú značku, napr. odmerné banky a odmerné valce, iné sú kalibrované na vyliatie (označenie Ex), t. j. uvedený objem sa získa vypustením potrebného množstva kvapaliny napr. pipety a byrety. K odmeriavaniu objemu kvapalín sa v laboratóriu používajú podľa vyžadovaného stupňa presnosti rôzne druhy odmerných nádob, najčastejšie odmerné valce, odmerné banky, pipety a byrety. Na orientačné odmeranie objemu kvapalín možno použiť kadičku, na

ktorej je spravidla stupnica s delením po 20, 50 alebo 100 ml, podľa objemu kadičky. Ostatné uvedené odmerné nádoby slúžia na presnejšie meranie objemov alebo prípravu roztokov s vyžadovanou koncentráciou.

Odmerné valce sú nádoby s nižšou presnosťou a slúžia na približné odmeriavanie objemov kvapalín. Sú to valcové nádoby s výlevkou alebo sklenenou zátkou s dielikovaním na stenách a majú rôzny objem: 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 alebo 2000 ml (obr. 11A). Sú z hrubostenného skla, neznášajú náhle zmeny teploty, a preto nimi neodmeriavame objem horúcich roztokov, a ani v nich horúce roztoky nemiešame a neriedime. Povolené odchýlky objemu odmerných valcov predstavujú niekoľko desiatín percenta ich celkového objemu. Z tohto dôvodu sa používajú na odmeriavanie objemov pomocných činidiel.

Na presnejšie odmeriavanie objemov, napr. pri príprave roztokov s presnou koncentráciou sa **používajú odmerné banky** (obr. 11B). Sú to sklenené nádoby, s dlhým úzkym hrdlom, zväčša so zábrusovou zátkou. Dá sa nimi merať len ten objem, ktorý je na nich vyznačený: 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 alebo 2000 ml. Majú hruškovitý tvar, ktorý im zaisťuje stabilitu, s dlhým a úzkym hrdlom, na ktorom je po celom obvode ryskou vyznačený ich deklarovaný objem. Sú kalibrované na doliatie. Pri príprave roztokov sa chemické reakcie, teda zmiešanie hlavných zložiek, resp. rozpustenie tuhých zložiek v rozpúšťadle, vykonáva v kadičke a číry roztok sa kvantitatívne preniesie do odmernej banky pomocou lievika, pričom treba dať pozor, aby kvapalina nezmáčala sklo nad ryskou. Po prenesení roztoku do banky, opláchneme zvnútra kadičku a aj tento objem kvapaliny prelejeme do banky. Ďalej opláchneme do vnútra banky tyčinku, ktorú sme použili na rozmiešanie tuhej zložky v kadičke a aj lievik zvnútra a jeho stopku zvonka a doplníme objem ďalším podielom rozpúšťadla. Po naplnení banky niekoľko mm pod rysku dodáme pomocou pipety ešte potrebné množstvo rozpúšťadla tak, aby banka bola doliatá po značku. Banku uzavrieme a premiešame mnohonásobným prevrátením. Ak sa používajú súčasne viaceré roztoky, banky by mali byť označené ešte pred začatím naplňania banky. Odmerné ná-



A



B

Obr. 11: A – odmerné valce, B – odmerné banky

doby sa nikdy nesušia za zvýšenej teploty, pretože sú presne kalibrované. Presnejšie ako odmerné valce sú aj pipety a byrety, ktoré sa používajú na odoberanie určitého objemu zo zásobnej nádoby, resp. na meranie pridaného objemu.

Byrety sú kalibrované sklenené rúrky s vyznačenou presnou stupnicou, ktoré sa používajú na presné odmeriavanie objemov kvapalín pri titráciách (obr. 12). Sú kalibrované na „vyliatie“ a sú

podstatne presnejšie ako odmerné valce. V dolnej časti byrety je umiestnený kohút, umožňujúci regulované pomalé vypúšťanie kvapaliny obsiahnutej v byrete. Pri práci s byretami treba dodržať určité pravidlá a postup, ktorý si v skratke opíšeme. Najprv sa suchá a čistá byreta naplní roztokom pomocou lievika mierne nad nulovú značku. Otvorením kohúta sa naplní aj priestor kohúta a priestor pod ním. Podľa potreby sa byreta doplní tak, aby hladina kvapaliny bola nad nulovou značkou. Následne sa lievik vyberie. Je dôležité dbať na to, aby sa v byrete nenachádzali vzduchové bubliny a tiež nesmú byť nad značkou zachytené na stene byrety kvapky roztoku. Ak treba, odsajú sa kvapky roztoku zo stien vnútra byrety nad nulovou značkou použitím preloženého pásička filtračného papiera. Ak treba, utrú sa kvapky roztoku zvonka špičky byrety a vypustí sa prebytok roztoku, aby hladina v byrete bola presne po nulovú značku. Potrebné množstvo kvapaliny sa

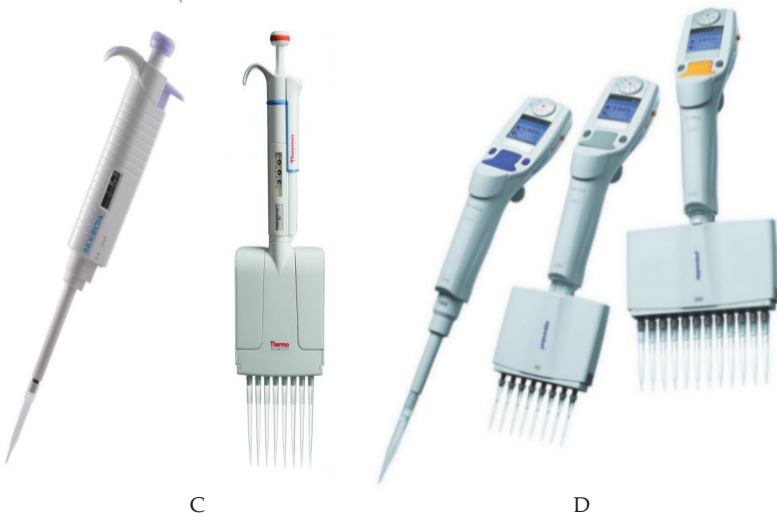
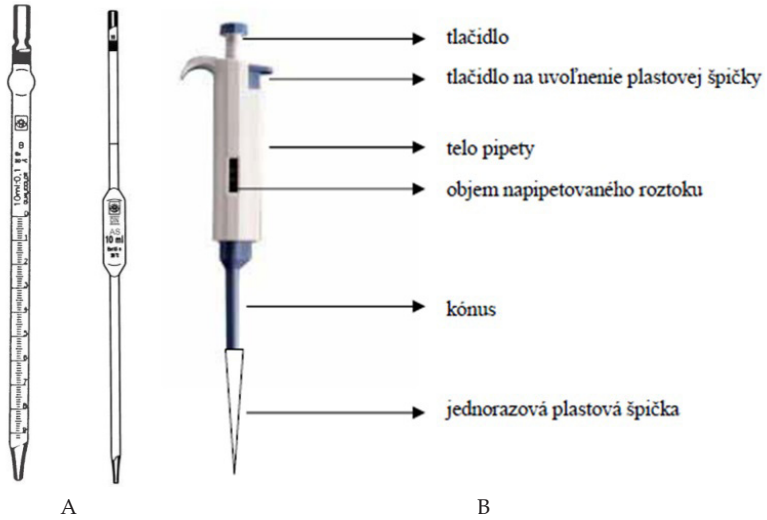


Obr. 12: Byreta s priamym kohútom

vypustí otvorením kohúta. S kohútom treba manipulovať jemne, aby bol nastavený správny prietok kvapaliny. Keďže kvapalina pri vytekaní na stenách byrety tvorí pomalšie stekajúci film, treba pred odčítaním objemu počkať určený čas ako pri použití pipiet, obvykle 15 až 30 sekúnd. Pri prvom použití je nutné byretu, ktorá nie je suchá, opláchnuť daným odmerným roztokom. Pri používaní byrety sa nesmie zabúdať na starostlivosť o kohút, ktorá závisí od konkrétneho typu kohúta. Teflónové kohúty si nevyžadujú žiadnu údržbu, na rozdiel od sklenených. Zábrusové sklenené kohúty sú najkvalitnejšie, ale zároveň sú citlivé na čistotu a vplyv niektorých chemikálií, najmä alkalických. Aby sme sa počas laboratórneho cvičenia vyhli „zapečeniu“ kohúta, po skončení práce sa kohút rozloží a opláchne destilovanou vodou. Ak sa sklenený kohút pohybuje ťažko, treba ho namazať špeciálnou vazelínou (ramsayov tuk). Ak sa nečistoty (napr. veľa vazelíny) dostanú do výtokovej špičky byrety a tá sa následne upchá, treba ju mechanicky vyčistiť pomocou jemného drôtika, alebo sa vazelína v špičke zahriatím skvapalní a tlak stĺpca kvapaliny v byrete ju vytlačí von.

Menšie objemy kvapalín odmeriavame **sklenenými pipetami** alebo **automatickými pipetami**. Sú to jedny z najpoužívanejších nástrojov v laboratóriu. Používajú sa na manipuláciu, presné meranie a transfer rôznych kvapalín, chemikálií, roztokov alebo vzoriek.

Sklenené pipety sú trubice, ktoré sa líšia svojím objemom a presnosťou. Rozlišujeme delené a nedelené sklenené pipety (obr. 13A). Delené (graduované) pipety sú hladké, spravidla sklenené trubice dlhé asi 30 cm so stupnicou s nulou v hornej časti. Umožňujú odmeranie ľubovoľného množstva tekutiny v rámci rozsahu pipety. Na každej z týchto pipiet je uvedený jej objem a veľkosť jedného dielika. Nedelené (volumetrické) pipety majú iba jeden plniaci objem, určený ryskou na skle pipety. Na zmenšenie dĺžky môžu mať uprostred rozšírený priemer, kdežto v oblasti značky je objem úzky, aby bolo umožnené čo najpresnejšie pipetovanie. Pre zvýšenie komfortu pri práci so sklenenými pipetami slúžia elektrické pipetovacie nadstavce – pipetusy®.



Obr. 13: A – delená a nedelená sklenená pipeta, B – časti automatickej pipety, C – jednokanáľová a multikanáľová automatická pipeta, D – elektronické jedno a multikanáľové automatické pipety

Automatické pipety sú zložené z niekoľkých častí (obr. 13B) a slúžia k odmeriavaniu objemov v rozsahu 1 – 1000 μl , preto sa nazývajú aj mikropipety. Existujú automatické pipety, s ktorými je možné odmerať aj objem väčší ako 1000 μl . Používajú sa automatické pipety s fixným objemom (objem pipetovaného roztoku sa už nedá manuálne meniť, napr. 20 μl , 200 μl , 500 μl , 1 000 μl), alebo s kontinuálne nastaviteľným objemom (pomocou mikrometrickej skrutky vieme manuálne nastaviť objem v rámci určitého rozsahu, na aký bola pipeta vyrobená napr.: 20 – 200 μl , 100 – 1 000 μl). Ďalej rozlišujeme jednokanálové a multikanálové automatické pipety (obr. 13C), elektronické pipety, či programovateľné pipety (obr. 13D).

Niektoré pipety sa ovládajú jednoduchšie, iné zložitejšie. Bez ohľadu na zvolený typ, pipeta je základným nástrojom, ktorého správne používanie si vyžaduje prax. Zvládnutie pipetovania nie je veda, ale je jedným z jej nevyhnutných predpokladov.

Pipetovanie sklenenými pipetami

Pipetovanie roztokov patrí k základným manuálnym operáciami v chemickom laboratóriu. Dôležité je pritom dodržiavať nasledujúci postup, aby sme dosiahli potrebnú presnosť:

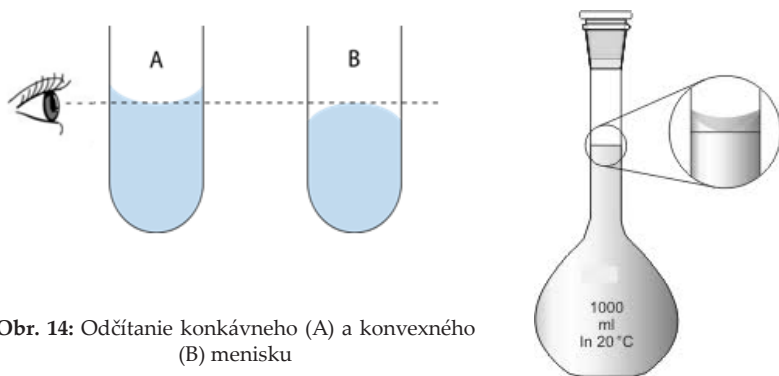
1. Na horný (tupý) koniec pipety nasadíte pipetovací nadstavec (príp. balónik).
2. Hrot pipety ponorte pod hladinu roztoku, ktorý chcete odpipetovať.
3. Jednou rukou pridržiavajte pipetu a druhou manipulujte s nadstavcom (balónikom), aby sa roztok nasával do pipety.
4. Hrot pipety priložte na stenu nádoby, do ktorej odmeriavate objem a roztok opatrne vypustíte.

Na dosiahnutie správneho výsledku treba tiež dodržať niekoľko zásad:

1. Pipeta musí byť: čistá, suchá, priechodná.
2. Malý zvyšok kvapaliny v hrote pipety nikdy nevyfukujte ani iným spôsobom nevypúšťajte (toto množstvo nie je pri kalibrácii započítané do objemu pipety).

3. Z pipety nesmie roztok samovoľne vytekať ani kvapkať.
4. Prekrytie menisku so značkou na pipete odčítavajte vo výške oka najlepšie na bielom pozadí.
5. Správne odčítajte meniskus.

Meniskus. Na správne zmeranie objemu je dôležitá presnosť jeho odčítania zo stupnice alebo z rysky. Meniskom sa nazýva oblúkovité prehnutie kvapaliny, ktoré vzniká na rozhraní kvapaliny, steny nádoby a vzduchu vplyvom povrchového napätia. Väčšina vodných roztokov vytvára konkávny meniskus (pri farebných, nepriehľadných roztokoch, ako je napr. roztok manganistanu draselného odčítavame horný okraj menisku, pri bezfarebných dolný). Niektoré roztoky, napr. ortuť, vytvárajú konvexný meniskus. Pri odčítaní sa musí oko pozorovateľa nachádzať na úrovni spodného okraja menisku, aby nevznikla tzv. paralaxná chyba. Ak sa nachádza oko pod alebo nad úrovňou menisku, je odčítaný objem iný, ako zodpovedá skutočnosti. Správne odčítanie menisku je znázornené na obrázku 14.



Obr. 14: Odčítanie konkávneho (A) a konvexného (B) menisku

Pipetovanie automatickými pipetami

Zásady pipetovania s automatickou pipetou:

1. Zvoľte najvhodnejšiu pipetovaciu techniku (priame alebo reverzné pipetovanie).
2. Pipeta musí byť presná (kalibrovaná).

3. Vždy zvolte veľkosť špičky vzhľadom na rozsah pipety (jednorazové plastové špičky nie sú univerzálne!).
4. Špičky musia byť suché, čisté a priechodné.
5. Špičku nenamáčajte do pipetovanej kvapaliny príliš hlboko (max 2 – 3 mm pod hladinu).
6. Pri napĺňaní vždy kontrolujte obsah špičky (vzduchová bublina, spontánne vytekanie, upchatie...).
7. Povrch špičky zmáčajte pipetovanou kvapalinou pred samotným pipetovaním tak, že ju nasajete do špičky a vzápätí vypustíte (opakujte 2 – 3-krát).
8. Tlačidlo manipulačného piestu stláčajte pomaly a rovnomerne.
9. Pre správne fungovanie by pipeta mala byť vždy vo vertikálnej polohe, aj pri používaní, aj keď sa nepoužíva.
10. Rozdiely teploty pipetovanej kvapaliny, špičky a pipety musia byť minimálne.
11. Pri pipetovaní kvapalín s rozdielnymi teplotami treba pred pipetovaním ich teplotu približne vyrovnáť.
12. Zabezpečte konštantnú teplotu prostredia v laboratóriu.

Pri pipetovaní automatickou pipetou treba opäť dodržať správny postup. Požadovaný objem odmeriavame pomocou manipulačného piestu, ktorý možno stlačiť do dvoch polôh (obr. 15). Poloha prvej zarážky (polohy 1) bude závisieť od nastaveného objemu (pri pipetách



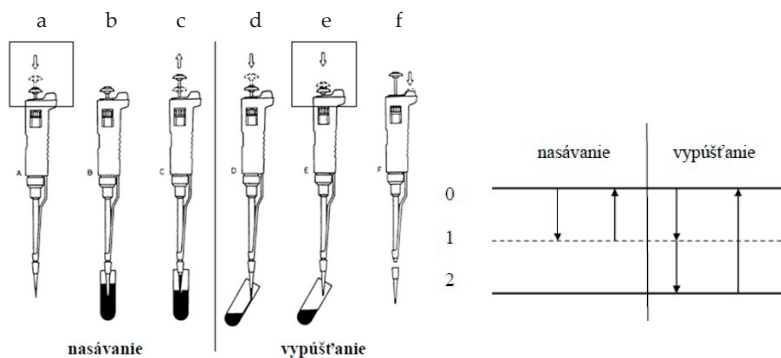
Obr. 15: Stláčanie manipulačného piestu z polohy 0 (vľavo) do polohy 1 (v strede) a 2 (vpravo)

s nastaviteľným objemom), t. j. čím väčší objem chceme napipetovať, tým viac bude treba stlačiť piest, aby sme dosiahli polohu 1.

Priame pipetovanie

Pri tejto technike sa pri pipetovaní zo špičky vytlačí všetka nasatá pipetovaná kvapalina (okrem tej kvapaliny, ktorá zostala svojou priľnavosťou na vnútornej strane špičky), postupujeme takto:

1. Na kónus pipety nasadíte suchú špičku (musí byť dobre upevnená!).
2. Pri nasávaní roztoku do pipety stlačte tlačidlo manipulačného piestu palcom do polohy 1 (špička nie je ponorená do kvapaliny, obr. 16a).
3. Špičku následne ponorte do pipetovanej kvapaliny (obr. 16b) a pomaly uvoľňujte tlačidlo, až sa piest dostane do východiskovej polohy 0, čím sa nasaje kvapalina do špičky (obr. 16c).
4. Premiestnite sa do priestoru, kam sa má vypustiť pipetovaná kvapalina a stlačte tlačidlo postupne do polohy 2 (na doraz), čím vyprázdnete špičku pipety (obr. 16d, e).
5. Tlačidlo opäť uvoľnite do východiskovej polohy 0 až po vybratí špičky z priestoru, kam sa presunul pipetovaný objem (napr. skúmavka), aby sa presunutý objem opätovne nenasal.



Obr. 16: Postup pri nasávaní a vypúšťaní kvapaliny automatickou pipetou priamym spôsobom

6. V prípade, že nebudete už viac pipetovať tú istú kvapalinu, zatlačte tlačidlo na uvoľnenie špičky a zhodte špičku z pipety do vhodnej odpadovej nádoby (obr. 16f).

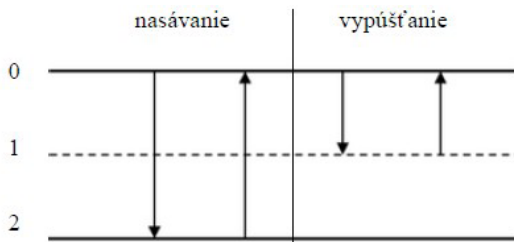
Reverzné pipetovanie

Reverzné pipetovanie je technika, ktorá je vhodná najmä pri práci s veľmi malými objemami tekutín ($< 1 \mu\text{l}$), s tekutinami s vyššou viskozitou a tendenciou vytvárať penu, aby sa dosiahla čo najmenšia relatívna chyba. Keďže sa nedá zabrániť tomu, aby na stenách špičky neostali zvyšky pipetovanej kvapaliny, bola by relatívna chyba v prípade priameho pipetovania malých objemov, spôsobená týmto javom, veľmi veľká. Podstatou reverzného pipetovania je, že sa do špičky nasaje väčší objem, ako potrebujeme napipetovať. Po vytlačení pipetovaného objemu zostáva v špičke prebytočný objem, ktorý ale nemá byť uvoľnený do cieľovej skúmavky. Tento zostávajúci objem sa môže vrátiť do zdrojovej kvapaliny alebo sa môže vyhodiť spolu so špičkou.

Postup reverzného pipetovania znázornený na obr. 17 je nasledujúci:

1. Na kónus pipety nasadte suchú špičku (musí byť dobre upevnená!).
2. Pri nasávaní roztoku do pipety stlačte tlačidlo manipulačného piestu palcom do polohy 2 (špička nie je ponorená do kvapaliny).
3. Špičku následne ponorte do pipetovanej kvapaliny a pomaly uvoľňujte tlačidlo, až sa piest dostane do východiskovej polohy 0, čím sa kvapalina nasaje do špičky.
4. Premiestnite sa do priestoru, kam sa má vypustiť pipetovaná kvapalina a stlačte tlačidlo do polohy 1 (v špičke zostala zvyšková kvapalina, ktorá sa môže vrátiť do zdrojovej tekutiny po stlačení ovládača piestu pipety do druhej polohy alebo sa môže vyhodiť spolu so špičkou stlačením tlačidla na uvoľnenie špičky).

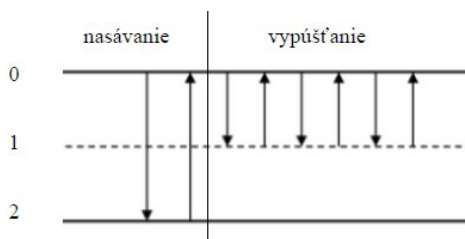
5. Tlačidlo opäť uvoľnite do východiskovej polohy 0 až po vybratí špičky z priestoru, kam sa presunul pipetovaný objem, aby nedošlo k opätovnému nasatiu.
6. V prípade, že nebudete už viac pipetovať tú istú kvapalinu, zatlačte tlačidlo na uvoľnenie špičky a zhodte špičku z pipety do vhodnej odpadovej nádoby.



Obr. 17: Postup pri nasávaní a vypúšťaní kvapaliny automatickou pipetou reverzným spôsobom

Opakované pipetovanie

Tento spôsob pipetovania je určený na opakované pipetovanie rovnakého objemu napr. na pridávanie činidla do série skúmaviek alebo do jamiek v mikrotitračnej platničke. Ide vlastne o opakujúce sa reverzné pipetovanie, keď sa po nasatí kvapaliny do špičky opakujú kroky tohto postupu (obr. 18).



Obr. 18: Postup pri nasávaní a vypúšťaní kvapaliny automatickou pipetou spôsobom opakovaného pipetovania

Úloha:

1. Sklenenou pipetou s objemom 2 ml napipetujte do skúmavky objemy: 0,7 ml; 1,3 ml; 0,5 ml destilovanej vody.
2. Sklenenou pipetou s objemom 5 ml napipetujte do skúmavky objemy: 1,8 ml; 2,4 ml; 4,5 ml destilovanej vody.
3. Sklenenou pipetou s objemom 10 ml napipetujte do skúmavky objemy: 4,4 ml; 5,3 ml; 7,5 ml destilovanej vody.
4. Nalejte do 5 skúmaviek rôzne množstvá vody a odhadnite objem. Skontrolujte objem preliatím vody do odmerného valca. Údaje zapíšte do tabuľky. Zistite objem celej skúmavky v ml a výsledok zapíšte.
5. Zistite počet kvapiek v 1 ml vody tak, že po kvapkách vypustíte z byrety 1 ml. Vypočítajte objem jednej kvapky. Zapíšte zistené hodnoty.
6. Automatickou pipetou s objemom 200 μ l napipetujte do skúmavky 1 ml destilovanej vody. Správnosť pipetovania overte pomocou sklenenej pipety.
7. Na automatickej pipete nastavte objem 20 μ l a napipetujte destilovanú vodu do 10 skúmaviek.
8. Pomocou automatickej pipety ried'te vzorku metylénovej modrej v dvojkovom rade s destilovanou vodou (40 μ l vzorky + 40 μ l destilovanej vody). Doplňte tabuľku.

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup k úlohe č. 8:

1. do vybraného stĺpca mikrotitračnej platničky napipetujte destilovanú vodu v objeme 40 μl
2. do prvej jamky napipetujte metylénovú modrú v objeme 40 μl a obsah jamky premiešajte
3. odoberte z prvej jamky 40 μl , pridajte do druhej jamky a opäť premiešajte
4. znova odoberte z druhej jamky 40 μl a pridajte do tretej jamky, obsah premiešajte, opäť odoberte 40 μl a pridajte do ďalšej jamky, postup opakujte až po koniec stĺpca
5. z poslednej jamky odoberte rovnako 40 μl a vyhod'te ich, aby bol objem vo všetkých jamkách rovnaký

Nákres:

Výpočty:

Pozorovanie:

skúmavka	odhadnutý objem (ml)	skutočný objem (ml)	odchýlka (ml)
1			
2			
3			
4			
5			

- Objem celej skúmavky:
- Počet kvapiek v 1 ml vody:
- Objem jednej kvapky:

riedenie v dvojkovom rade	vzorka farbiva	riediaci roztok	titer
2^{-1}	1/2	1/2	2

Záver:

1.3.2 Praktické cvičenie – váženie

Téma č. 2: Váženie

Teória: Vážením nazývame fyzikálne meranie, pri ktorom pomocou váh zisťujeme hmotnosť látky. Hmotnosť je fyzikálna veličina, ktorej základnou jednotkou v SI sústave je kilogram (kg). V chémii však zvyčajne používame tisíckrát menšiu jednotku, a to je gram (g). Jednou zo základných operácií v biochemickom laboratóriu je váženie, preto váhy patria k základnému zariadeniu každého chemického laboratória. Vážením sa sleduje kvantitatívna stránka väčšiny chemických pokusov. Navažujú sa presné množstvá východiskových látok, zisťuje sa hmotnosť produktov, prípadne sa skúmajú zmeny hmotnosti počas laboratórnych operácií. Vo väčšine prípadov práve presnosť a správnosť navažovaného množstva látky má vplyv na výsledok celého experimentu. Podľa druhu prác realizovaných v chemickom laboratóriu sa na meranie hmotnosti látok používajú váhy vyhovujúce váživosťou a presnosťou. **Váživosť** váh je najvyššie dovolené zaťaženie (hmotnosť), ktorému možno vystaviť bez poškodenia misky váh. **Presnosť** váh je najmenší rozdiel hmotnosti zistiteľný váhami danej konštrukcie. **Citlivosť** váh je daná veľkosťou odchýlky zistenej hmotnosti pri opakovanom vážení toho istého predmetu (napr. 1 mg). Citlivosť váh klesá úmerne s ich zaťažením. Ak chceme teda čo najpresnejšie odvážiť 1 g skúmanej látky, potom ju nebudeme navažovať do veľkej platinovej misky! Správnosť predstavuje zhodu medzi zistenou a skutočnou hmotnosťou váženého predmetu. Váživosť, presnosť a citlivosť sú základné charakteristiky váh. Na základe nich môžeme laboratórne váhy rozdeliť na dva základné typy – predvážky a analytické váhy.

Predvážky sú spravidla váhy s váživosťou do 200 – 400 g s presnosťou na 0,01 g. Tieto váhy sú primárne určené k navažovaniu východiskových látok na prípravu roztokov alebo v niektorých prípadoch na váženie medziproduktov a preparátov.

Analytické váhy sú váhy s váživosťou do 200 g a s presnosťou na 0,0001 g. Tieto váhy používame na veľmi presné navažovanie

látok alebo na navažovanie veľmi malých množstiev látok (<0,1 g). V súčasnosti sa už v laboratóriu zväčša stretávame s elektronickými váhami, ktorých hlavnou výhodou oproti klasickým mechanickým je jednoduchá obsluha a nenáročná údržba. Elektronické váhy sú vybavené buď externou, alebo internou kalibráciou a okrem štandardných funkcií zahrňujúcich funkciu „TARE“, váženie v hmotnostných percentách alebo postupné dovažovanie, disponujú aj funkciami ako počítanie kusov, voliteľné váhové jednotky alebo štatistické výpočty.

Keďže sú váhy citlivé zariadenia, musíme ich udržiavať v čistote a pracovať s nimi správne podľa určitých zásad:

1. Váhy kvôli citlivosti umiestňujte na špeciálny váhový stôl, ktorý má kamennú vážiacu dosku.
2. Váha je upevnená na pevnej konzole, aby sa na ňu neprenášali otrasy podlahy a pracovných stolov.
3. Na váhach si vždy pozrite ich maximálnu nosnosť a minimálnu hmotnosť, ktorú vedľa odvážiť. Maximálnu nosnosť nikdy neprekračujte, aby sa nenarušila citlivosť a presnosť váh!
4. Látky, ktoré vážite, nikdy nekladte priamo na misku váh, ale musíte používať pomôcky určené na navažovanie – hodinové sklíčko – iba na váženie na predvážkach, sklenná alebo porcelánová lodička a navažovačka. Váženú látku naberajte laboratórnou lyžičkou (predvážky) alebo špachtľou na práškové materiály (analytické váhy).
5. Nádobu, v ktorej vážite, vždy vynulujte pred vložením látky, ktorú chcete vážiť.
6. Váha musí byť chránená pred slnkom a teplom, musí byť v suchu a v miestnosti, kde nie sú leptavé výpary.

Postup váženia na analytickej váhe je nasledujúci:

1. Pred vážením sa presvedčte, či je váha správne umiestnená (skontrolujte aj stav vodováhy na váhach, či sú váhy vo vodorovnej polohe; ak nie, vyrovnajte ju korekčnými skrutkami umiestnenými na nožičkách váh).
2. Skontrolujte čistotu misky a celého priestoru váh.

3. Váhy zapnite do zdroja napätia a stlačte tlačidlo ON/OFF.
4. Váhy pred vážením vynulujte.
5. Do stredu misky váh vložte prázdnu pomôcku na navažovanie a váhy opäť vynulujte.
6. Do čistej a suchej nádoby na navažovanie nasypete chemikáliu pomocou laboratórnej lyžičky alebo špachtle.
7. Odčítajte znázornenú hmotnosť chemikálie.
8. Pridávaním alebo naopak, odoberaním chemikálie pomocou laboratórnej lyžičky/špachtle sledujte na displeji aktuálnu hodnotu hmotnosti chemikálie.
9. Hmotnosť odčítavajte pri stabilizovaní číselníka na displeji váh, nie kým sú čísla v pohybe.
10. Po ukončení váženia odložte z váh všetky vážené predmety, váhy vynulujte a vyčistite od príp. rozsypanej chemikálie a vypnite.

Úloha: Pomocou váženia skontrolujte presnosť vášho pipetovania.

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. pripravte do kadičky roztok $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
2. do 5 prázdnych, suchých a čistých skúmaviek sklenenou pipetou napipetujte 4,5 ml roztoku z kadičky a do ďalších 5 skúmaviek napipetujte 4,5 ml roztoku automatickou pipetou

3. zistíte hmotnosť roztoku v každej skúmavke na analytických váhach.
4. zistíte presnosť vášho pipetovania výpočtom smerodajnej odchýlky (S) a variačného koeficientu (Vk) takto:
 - Najprv vypočítajte priemernú hmotnosť (\bar{x}) všetkých 10 vzoriek podľa vzorca:

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

- Od každej hmotnosti odčítajte priemer (vznikne 10 výsledkov):

$$x_i - \bar{x}$$

- Každú výslednú hodnotu z bodu b) umocnite (výsledkom tohto kroku bude 10 mocnín):

$$(x_i - \bar{x})^2$$

- Všetky umocnené hodnoty z predchádzajúceho bodu spolu sčítajte:

$$\sum (x_i - \bar{x})^2$$

- Vypočítajte smerodajnú odchýlku:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

- Vypočítajte variačný koeficient:

$$Vk = \frac{S}{\bar{x}} * 100 \%$$

Legenda:

\bar{x} – aritmetický priemer

x_i – hmotnosť roztoku z jednej skúmavky

n – počet všetkých hmotností

Pozn.: Hodnota Vk by mala byť maximálne 5 %

Výpočty:

Záver:

1.3.3 Praktické cvičenie – oddeľovanie zložiek zmesí

Téma č. 3: *Oddeľovanie zložiek zmesí (filtrácia a kryštalizácia)*

Teória: Určité látky oddeľujeme zo zmesí rôznymi separačnými (izolačnými) metódami. Oddeľovať zložky zmesi nám umožňujú hlavne ich rozličné fyzikálne a chemické vlastnosti.

Pod filtráciou rozumieme vo všeobecnosti oddeľovanie dvoch fáz pomocou priepustného materiálu, ktorý umožňuje prechod len jed-

nej z fáz. Zvyčajnej oddeľujeme tuhú fázu od kvapalnej (filtrácia kvapalín) alebo od plynnej fázy (filtrácia plynov). Ak oddeľujeme roztok od rôznych tuhých nečistôt, využívame filtráciu ako čistiacu metódu.

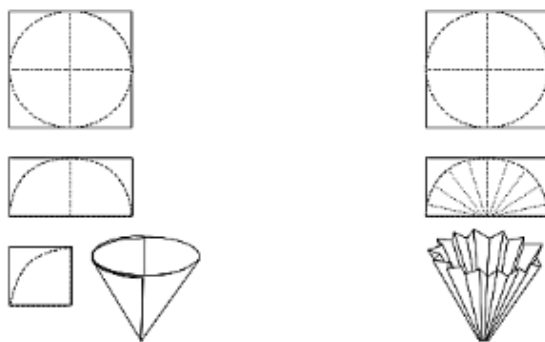
Základnou pomôckou je sklenený filtračný lievik. Jeho veľkosť a typ volíme podľa množstva filtrovanej tuhej látky, nie podľa množstva filtrátu. Tuhá látka má dosahovať najviac do polovice výšky filtra.

Pri filtrácii zachytávame tuhú látku najčastejšie na filtračnom papieri rôznej pórovitosti. Podľa veľkosti pórov rozdeľujeme filtračné papiere na husté, stredné a riedke. Na filtráciu silne kyslých a alkalickej roztokov sa vyrábajú špeciálne tvrdené filtračné papiere, ktoré majú väčšiu mechanickú pevnosť a veľmi malú veľkosť pórov, takže sa dajú použiť aj na filtrovanie veľmi jemných zrazenín.

Rýchlosť filtrácie závisí jednak od hustoty filtračného papiera, ale aj od hustoty a viskozity kvapaliny, veľkosti účinnej filtračnej plochy, množstva a zrnitosti tuhej látky a od pretlaku filtrovanej kvapaliny – filtrátu. Tekutina, ktorá prešla filtračným papierom sa nazýva filtrát. Na filtri ostáva tuhá látka.

Pri filtrácii postupujte nasledujúco:

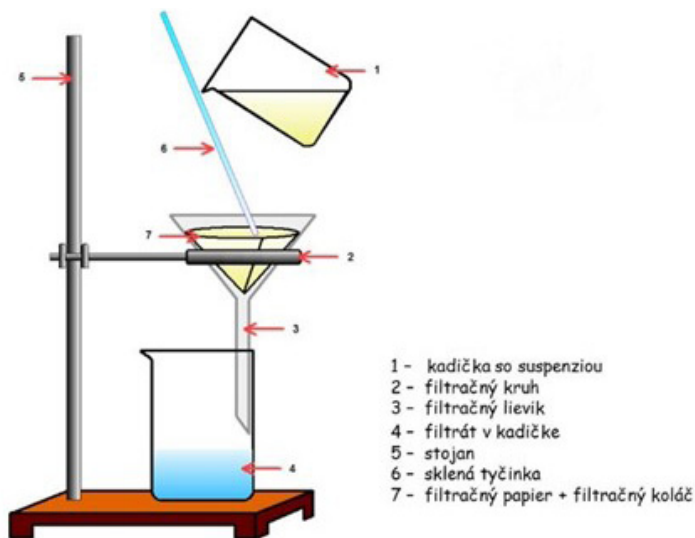
Hladký papierový filter si pripravte z kruhového filtračného papiera vhodnej veľkosti a hustoty dvojnásobným priečným preložením a roztvorením do tvaru kužeľa (obr. 19). Veľkosť lievika a filtračného papiera zvolte podľa množstva filtrovanej zrazeniny



Obr. 19: Príprava hladkého a skladaného filtra

tak, aby zrazenina po prefiltrovaní vyplnila asi 1/3 objemu lievika. Filter vložte do lievika, pričom jeho okraj má byť asi 0,5 až 1 cm pod okrajom lievika, a aby ste zabezpečili jeho tesné priliehanie k stenám lievika, navlhčíte ho destilovanou vodou. Tým odstránite aj vzduchové bubliny medzi papierom a stenou lievika, ktoré nepriaznivo ovplyvňujú rýchlosť filtrácie.

Pri filtrácii sa má šikmo zrezaný koniec stopky lievika dotýkať steny kadičky, do ktorej vyteká filtrát. Suspenziu lejte na filter pomocou sklenej tyčinky, ktorú vo vhodnom uhle priblížite k stene filtra (obr. 20). Prúd kvapaliny nasmerujte oproti trojitej vrstve filtračného papiera. Jednoduchá vrstva by sa mohla pretrhnúť, najmä pri neopatrnom dotyku sklenenou tyčinkou.



Obr. 20: Laboratórna aparatúra filtrácie pri atmosférickom tlaku

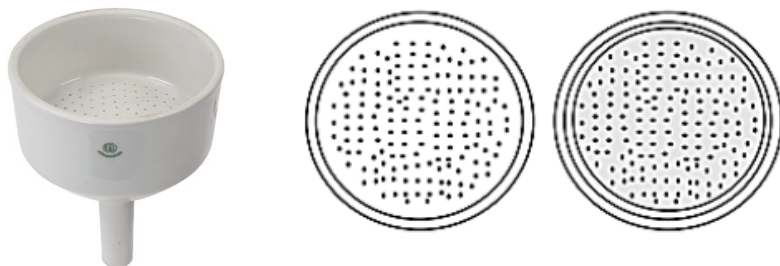
V prvých podieloch nalievajte najprv číry roztok, a to najviac centimeter pod okraj filtra. Číry matečný roztok preteká rýchlo ešte nezaneseným filtrom. Až potom rozvírte zrazeninu tyčinkou a nalejte ju na filter. Roztok musí pretekať cez filter nepretržite prúdom, pretože niektoré zrazeniny po zaschnutí upchávajú póry filtra.

Pri tomto spôsobe filtrácie filtrujeme v podstate len špičkou filtra. Rýchlejšie pracuje filter skladaný, niekedy nazývaný aj francúzsky. Tu využívame celú plochu filtračného papiera. Pripravíme si ho tak, že kruhový filtračný papier preložíme na polkruh a vejárovite ho prekladáme od stredu k obvodu v malých výsekoch (obr. 19). Skladaný filter sa potom dotýka skleneného lievika len hranami, čím sa výrazne zväčší jeho účinná filtračná plocha, avšak filter je menej mechanicky odolný. Filtrácia je podstatne rýchlejšia než filtrácia hladkým filtrom s rovnakým priemerom a hustotou. Využíva sa aj v prípadoch, keď treba ďalej použiť filtrát.

Ak chceme filtráciu ešte urýchliť, znížime odsávaním vzduchu tlak v priestore pod filtrom. Pri filtrácii za zníženého tlaku používame najčastejšie Büchnerov (odsávací) lievik, prípadne fritový lievik (v ktorom úlohu filtračného papiera preberá sklenená pórovitá platnička – frit).

Büchnerove lieviky sú porcelánové, ich dno je jemne dierované a používajú sa na oddeľovanie väčších množstiev tuhých látok od kvapaliny. Používajú sa tiež pri filtrovaní horúcich takmer nasýtených roztokov, pretože pri zdĺhavom filtrovaní cez hladký filter by nastala kryštalizácia produktu už na filtri alebo v stopke lievika.

Do Büchnerovho lievika sa vkladá filtračný papier, ktorý si pripravíte nasledujúcim spôsobom: urobte kruh z papiera a vložte ho do lievika tak, aby nielen zakryl všetky otvory na dne lievika, ale bol jeho priemer menší asi o 1 mm ako priemer dna (obr. 21).



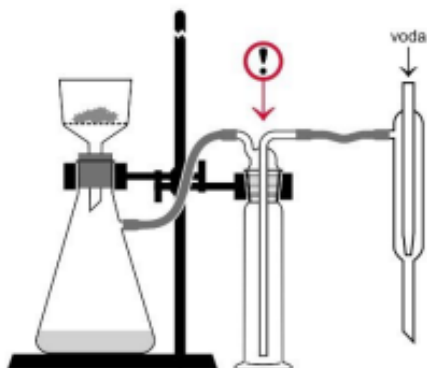
Obr. 21: Büchnerov lievik a správne vloženie filtračného papiera (vľavo bez papiera, vpravo s papierom)

Pracovný postup pri filtrácii pri zníženom tlaku znázornený na obr. 22 je nasledujúci:

1. Na odsávaciu banku tesne nasadíte Büchnerov (odsávací) lievik, do ktorého vložte kruhový filtračný papier pripravený vyššie opísaným spôsobom.
2. Odsávaciu banku napojte cez tlakovú hadicu na vodnú vývevu, vďaka ktorej dosiahnete podtlak potrebný na odsávanie a papierový filter navlhčíte destilovanou vodou, aby dobre prilipol k spodnej ploche lievika.
3. Roztok spolu s kryštalickým produktom (zrazeninou) nalievajte pomocou sklenej tyčinky na stred filtra tak, aby kryštalická látka vytvorila rovnomernú vrstvu na filtračnom papieri.
4. Pustíte vodnú vývevu a sledujete odsávanie. Pri premývaní lejte premývavicu kvapalinu (nemusí to byť vždy len voda) kolmo po sklenej tyčinke do stredu filtra.
5. Po premytí zrazeniny pokračujte v odsávaní ešte niekoľko minút, aby ste zrazeninu čiastočne vysušili prúdom vzduchu.
6. Najprv odpojte hadicu vodnej vývevy od odsávacej banky a potom zastavte vodnú vývevu. Pri opačnom postupe by mohla v dôsledku náhleho podtlaku vniknúť do odsávacej banky voda z vodovodu a znečistiť i zriediť filtrát. Možné je však zaradiť medzi odsávaciu banku a vodnú vývevu poistnú banku – napr. premývačku, a tým toto riziko odstrániť.
7. Kruhový filter so zrazeninou opatrne premiestnite na pripravené hodinové sklo vhodného priemeru alebo na plochú porcelánovú misku.

Filtráciu môžeme teda rozdeliť podľa rozdielu použitého tlaku nad filtrovanou suspenziou a pod filtrom na:

1. filtráciu pri atmosférickom tlaku
2. filtráciu pri zníženom tlaku (pod filtrom)
3. filtráciu pri zvýšenom tlaku (nad filtrovanou suspenziou – napr. kalolisy v priemysle)



Obr. 22: Filtrácia pri zníženom tlaku za pomoci vodnej vývevy

Kryštalizáciou oddeľujeme zložky zmesi na základe ich rozličnej rozpustnosti. Ako prvá vytvára kryštály najmenej rozpustná látka. Kryštalizácia je vylučovanie rozpustnej látky z nasýteného roztoku (oddeľovanie tuhej látky od kvapalnej) na základe rozdielnych rozpustností za rôznych teplôt, alebo v dvoch rôznych rozpúšťadlách. Kryštalizáciou získavame tuhú látku z roztoku alebo taveniny v podobe kryštálov. Je teda založená na schopnosti tuhej látky vytvárať kryštály a je jednou z najpoužívanejších metód slúžiacich na čistenie tuhých látok. Nečistoty zostávajú v kvapalnej fáze. Čistenie látok kryštalizáciou spočíva v ich rozpúšťaní vo vhodnom rozpúšťadle, vyčistení roztoku filtráciou a opätovnom vylúčení látky z roztoku v kryštalickej forme. Rozpúšťaná látka sa rozpúšťa v rozpúšťadle len do určitej hodnoty pri danej teplote a vytvára nasýtený roztok (roztok určitého zloženia, v ktorom sa dosiahla termodynamická rovnováha medzi rozpúšťanou látkou a jej roztokom, a teda táto látka sa za daných podmienok už ďalej nerozpúšťa).

Látku je možné ku kryštalizácii priviesť niekoľkými možnými spôsobmi, ktoré tvoria druhy kryštalizácie:

1. Kryštalizácia izotermickým odparením rozpúšťadla – voľným

odparovaním roztoku za normálnej teploty dôjdeme k stavu, keď je roztok pri danej teplote nasýtený a látka sa potom vylučuje z roztoku vo veľkých dobre vyvinutých kryštáloch.

2. **Kryštalizácia zmenou teploty** – ochladzovaním nasýteného roztoku dochádza ku kryštalizácii, v závislosti od spôsobu chladenia rozoznávame dva druhy kryštalizácie:

a) *Rušená kryštalizácia* – najprv je za horúca (alebo varu) pripravený nasýtený roztok a ten sa potom za trvalého miešania krúživým pohybom kryštalizačnej nádoby prudko ochladí na teplotu tečúcej vody. Pri prudkom ochladení a pri intenzívnom miešaní vznikne veľa kryštalizačných jadier a vyrastie veľký počet relatívne malých kryštálov, ktoré sú následne odfiltrované od tzv. matečného lúhu, ktorý obsahuje zvyšok kryštalizovanej látky a väčšinu nečistôt. Novým odparením matečného lúhu je možné získať ďalšie, ale už menej čisté podiely látky. Rušenú kryštalizáciu využívame pri látkach, pri ktorých je rozdiel v rozpustnosti za studena a za tepla dostatočne veľký.

b) *Nerušená (voľná) kryštalizácia* – pri tomto spôsobe kryštalizácie sa najprv pripraví za varu nasýtený roztok, ktorý sa následne prefiltruje a kadička s horúcim filtrátom sa následne vloží do termostatu, kde je podrobená postupnému ochladzovaniu v priebehu niekoľkých hodín. V pokoji pri pomalom chladnutí sa vytvára malý počet kryštalizačných jadier a vznikajú kryštály relatívne väčšie.

Presýtený roztok (roztok, v ktorom je pri danej teplote väčšie množstvo rozpustenej látky, než sa v roztoku rozpustí) z nasýteného môžeme získať nielen zmenou teploty alebo odparovaním rozpúšťadla za konštantnej teploty – izotermickým odparovaním (izotermická kryštalizácia), ale aj pridaním iného rozpúšťadla, napr. pridaním etylalkoholu:

3. **Kryštalizácia vyvolaná zmenou zloženia rozpúšťadla** – zmenou zloženia rozpúšťadla je možné z roztoku vylúčiť tú látku,

ktorá je v danej zmesi nerozpustná. V praxi sa to vykonáva takým spôsobom, že k vodnému roztoku sa pridá alkohol, aceton alebo iné menej polárne rozpúšťadlo, ktoré je miešateľné s vodou. V takto získanej zmesi dochádza k prekročeniu súčinu rozpustnosti rozpúšťanej látky (pozn. súčin rozpustnosti je konštanta daná pre každú látku za štandardných podmienok, ktorá určuje, koľko látky sa v danom rozpúšťadle rozpustí), ktorá sa potom začne vylučovať v podobe kryštálov.

Z týchto druhov je najviac časovo náročná kryštalizácia voľným odparovaním a voľným chladnutím a väčšinou sa využíva na čistenie látok, ktorých rozpustnosť nie je výrazne závislá od teploty.

O nasýtenosti roztoku sa presvedčíme pri rýchlo kryštalizujúcich látkach napr. tak, že kvapku roztoku preniesieme tyčinkou na hodinové sklíčko. Keď sa roztok zakalí vylúčenými kryštálmi, je dostatočne zahustený. Pri viacerých látkach sa na hladine nasýtených roztokov vytvára vplyvom chladného okolitého vzduchu tzv. kryštalizačná blana (plávajúce kryštály).

V niektorých prípadoch, najmä ak používame dokonale čisté roztoky a hladké nádoby, udržiava sa dlhší čas presýtený, nekryštalizujúci roztok. Začiatok kryštalizácie urýchlíme tzv. očkovaním roztoku, t. j. pridaním niekoľkých kryštálikov danej látky.

Vysokú čistotu látky dosiahneme opakovanou kryštalizáciou – rekryštalizáciou.

Úloha č. 1: Jednoduchá filtrácia a kryštalizácia voľným odparením rozpúšťadla (izotermická kryštalizácia, t. j. bez zmeny teploty roztoku)

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. rozpustíte jednu lyžičku modrej skalice v 50 ml destilovanej vody
2. pridajte lyžičku aktívneho uhlia/kriedy a dôkladne premiešajte
3. roztok prefiltrujte cez hladký filter, pričom zmes opatrne nalievajte po tyčinke do filtračného lievika a dávajte pozor, aby sa vám nepretrhol filtračný papier a aby sa zmes nedostala medzi filtračný papier a stenu lievika
4. pozorujte zachytenie aktívneho uhlia/kriedy na filtračnom papieri a filtrát, ktorý je tvorený destilovanou vodou (rozpušťaadlo) a modrou skalicou (rozpustená látka)
5. získaný filtrát nalejte do kryštalizačnej misky/Petriho misky a nechajte voľne kryštalizovať pri izbovej teplote počas niekoľkých dní → postupne dochádza k samovoľnému odpareniu vody a asi po 7 dňoch zostanú na kryštalizačnej/Petriho miske kryštálky modrej skalice

Úloha č. 2: Filtrácia pod tlakom a kryštalizácia zmenou teploty (nerušená – voľná kryštalizácia)

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. odvážite 4 g modrej skalice
2. odvážené množstvo rozpustite v 10 ml destilovanej vody
3. roztok za stáleho miešania privedzte do varu
4. roztok za horúca prefiltrujte na Büchnerovom lieviku za zníženeho tlaku
5. kadičku s horúcim filtrátom vložte do termostatu
6. v priebehu niekoľkých hodín sa počas ochladzovania filtrátu vytvoria kryštáliky, ktoré na nasledujúcom cvičení prefiltrujte a vysušte

Úloha č. 3: Filtrácia pod tlakom a kryštalizácia zmenou teploty (rušená kryštalizácia)

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. odvážite 8 g modrej skalice
2. odvážené množstvo rozpustíte v 25 ml destilovanej vody
3. roztok za stáleho miešania zahrievajte, až kým sa objem nezredukuje asi na polovicu
4. roztok za horúca prefiltrujte na Büchnerovom lieviku pri zníženej tlaku a filtrát rozdeľte na dve časti
5. jednu časť filtrátu prudko ochlaďte pod prúdom tečúcej studenej vody z vodovodu pri stálom miešaní krúživým pohybom, vylúčené kryštály prefiltrujte a vysušte
6. druhú časť filtrátu nalejte do kryštalizačnej/Petriho misky, prikryte filtračným papierom s malými otvormi a nechajte voľne kryštalizovať pri laboratórnej teplote do nasledujúceho laboratórneho cvičenia

Úloha č. 4: Jednoduchá filtrácia a kryštalizácia vyvolaná zmenou zloženia rozpúšťadla

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. odvážite 2,5 g modrej skalice
2. odvážené množstvo modrej skalice rozpustite v kadičke v 10 ml vody
3. roztok prefiltrujte cez skladaný filter
4. k filtrátu za stáleho miešania pridajte 10 ml etanolu
5. vylúčené kryštáliky prefiltrujte cez skladaný filter a vysušte medzi filtračnými papiermi
6. filtrát nalejte do kryštalizačnej/Petriho misky, prikryte filtračným papierom s malými otvormi a nechajte voľne kryštalizovať pri laboratórnej teplote do nasledujúceho laboratórneho cvičenia
7. na nasledujúcom laboratórnom cvičení porovnajte veľkosť vytvorených kryštálov, ktoré ste získali rôznymi postupmi

Pozorovanie:

Záver:

2 Analytická chémia v príkladoch

2.1 Látkové sústavy

Látková sústava je vymedzená časť priestoru vrátane hmotnej náplne, ktorá je predmetom pozorovania. Látky tvoriace sústavu sú označované ako zložky. Zložky sústavy sú čisté látky, ktoré možno fyzikálnymi metódami zo sústavy oddeliť a ktoré sú schopné samostatne existovať. Chemické sústavy je možné klasifikovať podľa rôznych kritérií.

Podľa rovnorodosti rozdeľujeme sústavy na:

- Homogénne – majú vo všetkých svojich častiach rovnaké makroskopické vlastnosti (zloženie, hustota, farebnosť, skupenský stav) alebo sa tieto vlastnosti menia spojitě a skladajú sa z jednej fázy. Homogénnou sústavou môže byť čistá látka, alebo sústava zložená z viacerých čistých látok v tej istej fáze, napr. roztok. Roztok je homogénna kvapalná alebo tuhá sústava zložená z viacerých chemických látok, ktorej zloženie sa môže v istom intervale meniť. Zmesi plyných látok ako napr. čistý vzduch, zložený z plyného kyslíka (O_2), dusíka (N_2), oxidu uhličitého (CO_2) a prípadne aj ďalších plyných látok, sa niekedy označujú ako plyné roztoky. V chémii sa však najčastejšie stretávame s kvapalnými roztokmi, zloženými z rozpúšťadla a rozpustenej látky, ktorá môže byť tuhá, kvapalná alebo plyná (prípadne sú viaceré látky). Pojmom rozpúšťadlo sa zvyčajne označuje látka, ktorá je v nadbytku oproti ostatným látkam. Najbežnejším rozpúšťadlom v anorganickej chémii je voda a v prípade vodných roztokov sa považuje voda za rozpúšťadlo aj vtedy, keď nie je oproti iným (rozpusteným) látkam v nadbytku. Napr. roztok zložený z 96 % H_2SO_4 a 4 % H_2O sa nazýva 96 % roztok kyseliny sírovej vo vode a nie 4 % roztok vody v kyseline sírovej.

- Heterogénne sústava – nemá vo všetkých častiach rovnaké vlastnosti. Skladá sa z niekoľkých homogénnych častí sústavy – fáz, napr. zmes vody a ľadu (2 fázy – kvapalná a tuhá). Heterogénnu sústavu predstavujú napr. aj človek, živočíchy a rastliny. V heterogénnych sústavách je často možné aj voľným okom rozlíšiť ich zložky. Ostrá hranica medzi homogénnymi a heterogénnymi sústavami neexistuje.

Znalosť jednotlivých zložiek (kvalitatívne zloženie) roztoku zvyčajne nestačí. V bežnej laboratórnej praxi treba vedieť, v akom množstve sa zložky v danom roztoku nachádzajú (kvantitatívne zloženie). Zloženie látkovej sústavy sa kvantitatívne vyjadruje **množstvami jednotlivých látok** alebo ich **pomerným zastúpením**.

2.1.1 Pomerné vyjadrenie zloženia sústav

Pre pomerné zastúpenie zložky v sústave platí vzťah:

$$\text{pomerné zastúpenie zložky} = \frac{\text{množstvo zložky}}{\text{množstvo celej sústavy}}$$

Podľa typu veličiny vyjadrujúcej množstvo zložky a množstvo sústavy rozlišujeme rôzne spôsoby vyjadrenia jej zloženia. Zloženie sústavy môžeme vyjadriť tak, že sa množstvo zložky (čistej látky) a množstvo celej sústavy vyjadri v rovnakých veličinách. Podľa použitej veličiny je možné zloženie sústavy vyjadriť ako:

- Hmotnostný zlomok (w)
- Mólový (molárny) zlomok (x)
- Objemový zlomok (φ)

Najčastejšie sa k opisu sústavy pevných látok používa **hmotnostný zlomok**. Ide o pomer hmotnosti danej zložky (v tomto prí-

pade si ju označíme „A“) k celkovej hmotnosti sústavy. Matematicky je možné ho definovať takto:

$$w_A = \frac{m_A}{m_S}$$

kde index A označuje zložku a S označuje celú sústavu

V prípade, že ide o trojzložkovú sústavu so zložkami 1, 2 a 3, definujeme hmotnostný zlomok takto:

$$w_1 = \frac{m_1}{m_1 + m_2 + m_3}$$

Mólový zlomok zložky „A“ (x_A) sa definuje ako pomer látkového množstva tejto zložky (n_A) a celkového látkového množstva sústavy, vyjadrený ako:

$$x_A = \frac{n_A}{n_S}$$

Objemový zlomok je pomer objemu danej zložky k objemu celej sústavy:

$$\varphi_A = \frac{V_A}{V_S}$$

Hmotnostný, mólový aj objemový zlomok sú bezrozmerné veličiny (nemajú jednotku) a nadobúdajú hodnoty od 0 do 1.

Pri viaczložkových sústavách sa súčet hmotnostných/mólových/objemových zlomkov jednotlivých zložiek sústavy rovná 1.

hm. zlomok (A) + hm. zlomok (B) + hm. zlomok (C) (+ ... = 1

obj. zlomok (A) + obj. zlomok (B) + obj. zlomok (C) (+ ... = 1

mol. zlomok (A) + mol. zlomok (B) + mol. zlomok (C) (+ ... = 1

V prípade veľmi zriedených vodných roztokov sa k vyjadreniu zloženia používa látková (molárna) koncentrácia (pomer látkového množstva (počtu mólov) prepočítaný na celkový objem roztoku).

Pri roztokoch sa často stretáme s prepočtom látkového množstva na hmotnosť látky. To zjednodušuje prípravu roztokov, pretože stačí dané množstvo látky odvážiť. Hmotnostná koncentrácia látky je určená podielom hmotnosti rozpustenej látky a objemu roztoku. Molárnej aj hmotnostnej koncentrácii sa budeme podrobnejšie venovať ďalej v texte.

Zloženie roztokov vieme vyjadriť aj pomocou:

- percent % (hmotnostných, mólových, objemových) → 1 diel zo 100 dielov
- promile ‰ → 1 diel z 1000 dielov
- particles per million ppm → 1 diel z 1 000 000 dielov
- particles per billion ppb → 1 diel z miliardy (dnes sa už toto vyjadrenie nepoužíva)

Hmotnostné percento vyjadruje, aká hmotnosť zložky A sa nachádza v 100 g (kg) roztoku. Je určené podielom hmotnosti zložky „A“ a hmotnosti roztoku vynásobeným 100 (pozn. roztok predstavuje sústavu tvorenú rozpustenou látkou a rozpúšťadlom, preto ho budeme aj ďalej v texte označovať indexom „S“).

$$w_A = \frac{m_A}{m_S} * 100 \% \text{ [hm. \%]}$$

Hmotnostný zlomok potom bude mať jednotku %.

Objemové percento vyjadruje aký objem zložky „A“ sa nachádza v 100 ml (l) roztoku:

$$\varphi_A = \frac{V_A}{V_S} * 100 \% \text{ [obj. \%]}$$

V **mólových percentách** vieme rovnako vyjadrovať aj mólový zlomok:

$$x_A = \frac{n_A}{n_S} * 100 \% \text{ [mol. \%]}$$

„n“ predstavuje látkové množstvo, ktoré má jednotku 1 mol. Látkové množstvo 1 mol obsahuje $6,022 \cdot 10^{23}$ častíc (atómov, molekúl alebo iónov). Vzťah medzi počtom častíc N a látkovým množstvom „n“ nám definuje Avogadrova konštanta „ N_A “ (jednotka mol^{-1}):

$$n = \frac{N}{N_A}$$

Ďalší dôležitý vzťah, ktorý nám definuje látkové množstvo, je vzťah medzi hmotnosťou „m“, relatívnou molekulovou (mólovou/molárnou) hmotnosťou „M“ (jednotka $\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1} / \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$) a látkovým množstvom „n“:

$$n = \frac{m}{M}$$

Platí, že celkové látkové množstvo sústavy sa rovná súčtu látkových množstiev všetkých látok v nej obsiahnutých:

$$n_S = n_A + n_B + n_C$$

2.1.2 Koncentračné vyjadrenie zloženia sústav

Ak sa už vo vyššie uvedenom vzťahu:

$$\text{pomerné zastúpenie zložky} = \frac{\text{množstvo zložky}}{\text{množstvo celej sústavy}}$$

vyjadrí množstvo celej sústavy jej objemom, dostávame koncentračné vyjadrenie zloženia sústavy. Ak množstvo zložky vyjadríme jej látkovým množstvom, zloženie roztoku je vyjadrené kon-

centráciou látkového množstva. Ak sa množstvo zložky vyjadří jej hmotnosťou, zloženie roztoku vyjadruje hmotnostná koncentrácia. Výhodou koncentračného vyjadrenia zloženia roztokov je rýchle zistenie množstva zložky rozpustenej v danom objeme roztoku.

Látková koncentrácia (koncentrácia látkového množstva, molarita), ktorú označujeme „ c “ udáva počet molov látky „ A “ v jednom dm^3 , resp. litri roztoku. Je teda definovaná ako podiel látkového množstva látky „ A “ (n_A) a objemu roztoku (V_S):

$$c_A = \frac{n_A}{V_S}$$

dosadením vzorca $n = \frac{m}{M}$ získame tvar rovnice \rightarrow

$$c_A = \frac{m_A}{(M_A * V_S)}$$

Vyjadruje sa najčastejšie v jednotkách mol.l^{-1} , namiesto tejto jednotky však môžeme používať aj označenie „ M “.

Napr. o roztoku, ktorý má molárnu koncentráciu 2 mol.l^{-1} hovoríme, že je 2 molárny a označujeme ho ako 2 M roztok (t. j. obsahuje 2 móly na liter roztoku).

Teda množstvo rozpustenej látky vyjadrené látkovým množstvom v objeme roztoku udáva koncentráciu látkového množstva (látková koncentrácia).

Molálna koncentrácia (molalita) je vyjadrenie koncentrácie látkového množstva danej zložky na hmotnosť, príp. objem rozpúšťadla a na základe toho ju rozdeľujeme na hmotnostnú a objemovú:

Hmotnostná molalita zložky „ A “ (\underline{m}_A), sa definuje ako pomer látkového množstva látky „ A “ (n_A), a hmotnosti rozpúšťadla (m_R):

$$\underline{m}_A = \frac{n_A}{m_R} \left[\frac{\text{mol}}{\text{kg}} \right]$$

Objemová molalita zložky „A“ (\underline{m}'_A) sa definuje ako podiel látkového množstva rozpustenej látky „A“ (n_A) a objemu rozpúšťadla (V_R):

$$\underline{m}'_A = \frac{n_A}{V_R} \left[\frac{\text{mol}}{l} \right]$$

Molalita vs. Molarita

U molality porovnaní s molárnou koncentráciou nie je v menovateli započítaný obsah rozpustenej látky. V silno zriedených roztokoch je číselná hodnota molality a molarity takmer totožná, pretože obsah rozpustenej látky je zanedbateľný. So zvyšujúcou sa koncentráciou roztoku je pri rovnakom látkovom množstve molalita roztoku menšia ako molárna koncentrácia (molarita).

$$\frac{n}{V} = \frac{\text{mól rozpustenej látky}}{l \text{ (roztoku)}} \rightarrow \text{molarita}$$

$$\frac{n}{V} = \frac{\text{mól rozpustenej látky}}{l \text{ (rozpúšťadla)}} \rightarrow \text{molalita (objemová)}$$

$$\frac{n}{m} = \frac{\text{mól rozpustenej látky}}{\text{kg (rozpúšťadla)}} \rightarrow \text{molalita (hmotnostná)}$$

Hmotnostná koncentrácia (parciálna hustota) zložky „A“ (Q_A) je vyjadrená podielom hmotnosti látky „A“ (m_A) a objemu roztoku (V_S):

$$Q_A = \frac{m_A}{V_S}$$

Teda množstvo rozpustenej látky vyjadrené hmotnosťou v objeme roztoku udáva hmotnostnú koncentráciu. Základnou jednotkou

hmotnostnej koncentrácie je kilogram na meter kubický ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$), ale používajú sa aj jednotky $\text{kg}\cdot\text{dm}^{-3}$, $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$, prípadne $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

Súčet hmotnostných koncentrácií všetkých zložiek sústavy sa rovná hustote roztoku. Hustota roztokov „ ρ “ vyjadruje vzťah medzi hmotnosťou a objemom sústavy (predovšetkým v plynných alebo v kvapalných roztokoch) (pozri ďalšia podkapitola). V chemických tabuľkách sa uvádzajú hustoty roztokov rôznych látok spolu so zložením roztokov a teplotou, pre ktoré tieto hodnoty platia.

2.1.3 Hustota roztokov

Množstvo roztokov možno vyjadriť ich hmotnosťou alebo objemom. Medzi hmotnosťou a objemom roztoku platí analogický vzťah, aký platí pre čisté látky:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

kde m , V a ρ sú hmotnosti, objemy a hustoty roztokov, teda nie čistých látok. Medzi zložením roztokov a ich hustotou je jednoznačná závislosť, a preto možno údaj o hustote využiť rovnako, ako ktorýkoľvek iný spôsob vyjadrenia zloženia roztoku.

2.1.3.1 Praktické cvičenie – meranie hustoty roztokov

Téma č. 4: Meranie hustoty roztokov

Teória: Stanovenie hustoty kvapalín možno uskutočniť viacerými metódami. Metódy merania vychádzajú buď z definície veličiny podľa vzťahu, alebo z vyšetrovania vztľaku v kvapaline.

Pri nižších nárokoch na presnosť je možné určiť hustotu kvapaliny na základe už vyššie uvedeného vzťahu:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Hmotnosť daného objemu kvapaliny sa určí vážením a príslušný objem kvapaliny sa stanoví **pomocou odmerného valca**. Nepresnosť metódy súvisí s chybou merania polohy hladiny, spôsobenou povrchovým napätím kvapaliny.

Presnejšia metóda určovania hustoty kvapaliny je **pyknometrická metóda**. Pyknometre sú sklenené nádoby presne definovaných objemov so zátkou so zábrusom. Stredom zátky prechádza kapilára (na obr. 23A označená šípkou). Ak je pyknometer naplnený až po horný okraj kapiláry v zátku ľubovoľnou kvapalinou, obsahuje vždy s vysokou presnosťou rovnaký objem kvapaliny „V“. Dosiahne sa to vďaka malej ploche voľnej hladiny kvapaliny v kapiláre. Objem pyknometra sa pri danej teplote stanoví vážením pomocou kvapaliny, pre ktorú sú známe presné tabelované hodnoty hustoty v závislosti od teploty – napr. destilovanej vody. Ak na stanovenie hmotnosti kvapaliny použijeme analytické váhy s presnosťou cca 0,1 mg alebo lepšou, bude aj hustota stanovená veľmi presne. Objem „V“ predstavuje zároveň vnútorný objem pyknometra. Pyknometrické stanovenie hustoty spočíva v tom, že sa porovná určitý objem meranej látky s rovnakým objemom kvapaliny, ktorej hustota je známa. Pri správnom a presnom dodržaní pracovného postupu je to veľmi presná metóda merania hustoty kvapaliny.

Na priame určenie hustoty roztoku sa na rýchle meranie hustoty kvapalín používa **hustomer** (obr. 23B). Hustomer je zatavená sklenená trubica prispôbena k plávaniu vo zvislej polohe. V kvapaline sa hustomer ponorí do takej hĺbky, pri ktorej je jeho hmotnosť rovnaká ako hmotnosť ním vytlačenej kvapaliny. Hĺbka ponoru je teda funkciou hustoty meranej kvapaliny. Existujú hustomery pre kvapaliny vyznačujúce sa menšou i väčšou hustotou, ako je hustota vody. Stupnice môžu vyjadrovať hustotu kvapaliny alebo percento rozpustenej či emulgovanej látky. V súčasnosti sa na rýchle a presné určenie hustoty používajú **digitálne hustomery**, ktoré sú buď vsádzkové, alebo prietokové (obr. 23C).



Obr. 23: A – pyknometer, B – hustomer, C – digitálny hustomer

Úloha č. 1: Stanovenie hustoty pomocou odmerného valca

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. odvážte 21,62 g sacharózy a pripravte odmerný roztok do 100 ml odmernej banky
2. odvážte prázdny odmerný valec, čím získate jeho hmotnosť m_1 .
3. naplňte valec roztokom a odčítajte príslušný objem roztoku V_R .
4. valec naplnený kvapalinou znova odvážte (m_2).
5. vypočítajte hmotnosť roztoku m_R zo vzťahu: $m_R = m_2 - m_1$

6. vypočítajte hustotu roztoku ρ_R zo vzťahu: $\rho_R = m_R/V_R$
7. meranie opakujte viackrát (3x) naliatím rôznych objemov do odmerného valca a výsledná hodnota hustoty daného roztoku sa získa ako aritmetický priemer

Úloha č. 2: Stanovenie hustoty roztoku cukromerom

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. využite odmerný valec s roztokom z predchádzajúcej úlohy a ponorte doňho cukromer s požadovaným rozsahom
2. odčítajte hodnotu na stupnici cukromera v hmotnostných % tak, aby sa cukromer nedotýkal dna a ani steny odmerného valca
3. meranie opakujte viackrát (3x) a výsledná hodnota sa získa ako aritmetický priemer
4. cez hmotnostné % dopočítajte hustotu roztoku

Úloha č. 3: Stanovenie hustoty roztoku pyknometricky

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

Pracovný postup:

1. na analytických váhach odvážite najprv suchý pyknometer so zátkou (m_3)
2. následne ho naplňte destilovanou vodou až po vrch, uzavrite a pretečenú kvapalinu opatrne utrite z povrchu zátky
3. pyknometer naplnený destilovanou vodou znovu odvážite, čím získate hmotnosť m_4
4. zo známej hustoty destilovanej vody $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ (pri danej teplote) = $0,997 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ vypočítajte presný objem pyknometra podľa vzorca:

$$V_P = \frac{m_4 - m_3}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}}$$

V_P – objem pyknometra

5. po zistení presného objemu pyknometra destilovanú vodú vylejte a pyknometer vysušte
6. následne pyknometer naplňte roztokom, ktorého hustotu chcete zistiť (využite roztok z úlohy č. 1) a odvážite ho (m_5)
7. hustotu roztoku vypočítajte podľa vzorca:

$$\rho_R = \frac{m_5 - m_3}{V_P}$$

ρ_R – hustota roztoku

8. meranie opakujte viackrát (3x) a výsledná hodnota hustoty daného roztoku sa získa ako aritmetický priemer
9. porovnajte výsledky získané rôznymi metódami a doplňte tabuľku

Výpočty:

Pozorovanie:

Hustota zistená odmerným valcom ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	
Hustota zistená cukromerom ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	
Hustota zistená pyknometrom ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	

Záver:

2.2 Látkové bilancie v sústavách bez chemických dejov

Látkové bilancie vyjadrujú deje, ktoré prebiehajú pri príprave, úprave zloženia a zmiešavaní roztokov či pri chemických dejoch. Látkové bilancie predstavujú aplikovanie zákona zachovania hmoty v uzavretých sústavách. Pre uzavretú sústavu teda platí, že množstvo látky na začiatku a na konci deja je v sústave rovnaké.

V chemickom laboratóriu sa látkové bilancie najčastejšie používajú pri:

1. príprave roztokov rozpúšťaním tuhej látky,
2. príprave roztokov zmiešaním roztokov rôzneho zloženia,
3. príprave roztokov zriedňovaním koncentrovaných roztokov,
4. príprave roztokov odparovaním rozpúšťadla (zahusťovanie roztokov),
5. kryštalizácii tuhých látok z nasýtených roztokov zmenou teploty roztoku,
6. izotermickej kryštalizácii,
7. destilácii,
8. kombinovaných látkových bilanciách

Množstvo látky a množstvo zložky vyjadrené látkovým množstvom možno podľa zadania úlohy nahradiť hmotnosťou danej látky (ak používame tuhé látky) alebo objemom (ak pracujeme s ideálnymi roztokmi). V prípade dvojzložkových sústav (napr. vodný roztok chloridu draselného), s ktorými sa stretávame najčastejšie, možno pre príklady typu 1 – 3 písať:

$$m_1 + m_2 = m_3$$

(m_1 predstavuje hmotnosť rozpusteného KCl, m_2 je hmotnosť vody a m_3 je hmotnosť vzniknutého roztoku) a pre množstvo danej zložky (KCl) vyjadrené pomocou jej hmotnostného zlomku:

$$m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 = m_3 \cdot w_3$$

(jednotlivé súčiny $m_i \cdot w_i$ postupne predstavujú hmotnosť zložky (KCl) v rozpúšťanom chloride draselnom, vo vode a v pripravenom roztoku).

Pre príklady typu 4, 5 a 7 platia vzťahy:

$$m_1 = m_2 + m_3$$

a pre danú zložku:

$$m_1 \cdot w_1 = m_2 \cdot w_2 + m_3 \cdot w_3$$

Pri práci s roztokmi sa často na vyjadrenie látkového množstva rozpustenej látky „A“ používajú koncentrácie tejto látky „ c_i “ v jednotlivých roztokoch a objemy týchto roztokov „ V_i “.

Potom pre dvojzložkovú sústavu pre príklady typu 1 – 3 platí:

$$c_1 \cdot V_1 + c_2 \cdot V_2 = c_3 \cdot V_3$$

a pre príklady typu 4, 5 a 7 platí

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2 + c_3 \cdot V_3$$

Navyše, ak platí aditivita objemov:

$$V_1 + V_2 = V_3$$

alebo

$$V_1 = V_2 + V_3$$

pričom ľavá strana rovníc látkových bilancií označuje začiatok daného deja a pravá strana rovníc koniec daného deja.

Rovnice látkových bilancií možno pre lepšie pochopenie zapísať aj pomocou bilančných schém (namiesto m_i a w_i možno písať aj V_i a c_i):



pričom ľavá časť schémy predstavuje začiatok a pravá časť schémy koniec daného deja spolu s jednotlivými zložkami vstupujúcimi a vystupujúcimi z daného deja.

2.2.1 Príprava roztokov rozpúšťaním tuhej látky

Prípravu roztokov rozpúšťaním tuhej látky možno rozdeliť do niekoľkých skupín:

- rozpúšťanie tuhej bezvodnej látky v rozpúšťadle, najčastejšie vo vode,
- rozpúšťanie tuhého kryštalohydrátu v rozpúšťadle, najčastejšie vo vode,
- rozpúšťanie tuhej bezvodnej látky v roztoku danej látky,
- rozpúšťanie tuhého kryštalohydrátu v roztoku danej látky

Pre všetky štyri typy možno použiť rovnice látkovej bilancie:

$$m_1 + m_2 = m_3$$

$$m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 = m_3 \cdot w_3$$

alebo bilančnú schému



Indexom 1 je označená tuhá rozpúšťaná látka, indexom 2 je označené rozpúšťadlo (alebo roztok, v ktorom sa tuhá látka rozpúšťa) a index 3 označuje pripravený roztok. Jediný rozdiel medzi jednotlivými typmi príkladov je v hodnotách príslušných hmotnostných zlomkov w_1 a w_2 .

Ak rozpúšťame bezvodú látku, hmotnostný zlomok $w_1 = 1$. V prípade kryštalohydrátov predstavuje hmotnostný zlomok w_1 podiel čistej tuhej bezvodovej látky v príslušnom kryštalohydráte tejto látky a vypočíta sa ako podiel molových hmotností bezvodovej látky a príslušného kryštalohydrátu, čiže hmotnostný zlomok $w_1 < 1$.

Hmotnostný zlomok w_2 predstavuje podiel rozpúšťanej tuhej látky v rozpúšťadle alebo v roztoku, v ktorom sa daná látka rozpúšťa. Ak rozpúšťame látku v rozpúšťadle, napr. vo vode, potom hmotnostný zlomok $w_2 = 0$, lebo čisté rozpúšťadlo neobsahuje rozpúšťanú látku. Ak látku rozpúšťame v roztoku tejto látky, tak hmotnostný zlomok $w_2 > 0$ a vyjadruje zloženie roztoku, v ktorom rozpúšťame tuhú látku.

2.2.2 Príprava roztokov zmiešaním roztokov rôzneho zloženia

Pre tento typ príkladov možno použiť rovnice látkovej bilancie:

$$m_1 + m_2 = m_3$$

$$m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 = m_3 \cdot w_3$$

alebo, ak platí aditivita objemov, tak možno použiť aj rovnice:

$$V_1 + V_2 = V_3$$

$$c_1 \cdot V_1 + c_2 \cdot V_2 = c_3 \cdot V_3$$

Bilančná schéma pre tento typ úloh vyzerá ako v predchádzajúcich prípadoch (namiesto m_i a w_i možno písať aj V_i a c_i):



Indexom 1 je označený prvý roztok, indexom 2 druhý roztok a index 3 označuje pripravený výsledný roztok. Hodnoty príslušných hmotnostných zlomkov w_1 a w_2 sú väčšie ako nula.

2.2.3 Príprava roztokov zriedovaním koncentrovaných roztokov

Pri tomto type príkladov sa používajú tie isté rovnice látkových bilancií, ako aj bilančná schéma, ako v prípade zmiešavania roztokov. Jediný rozdiel je v tom, že namiesto druhého roztoku sa používa čisté rozpúšťadlo, najčastejšie voda. Teda hodnota hmotnostného zlomku w_2 , respektíve koncentrácie c_2 , je nula:

$$m_1 + m_2 = m_3$$

$$m_1 \cdot w_1 = m_3 \cdot w_3$$

alebo ak platí aditivita objemov:

$$V_1 + V_2 = V_3$$

$$c_1 \cdot V_1 = c_3 \cdot V_3$$

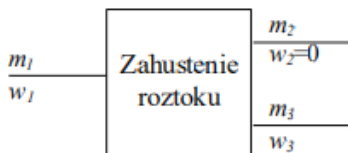
2.2.4 Príprava roztokov odparovaním rozpúšťadla (zahusťovanie roztokov)

Pri tomto type úloh používame rovnice látkových bilancií:

$$m_1 = m_2 + m_3$$

$$m_1 \cdot w_1 = m_3 \cdot w_3$$

Indexom 1 je označený zriedený roztok, ktorý ideme zahustiť. Indexom 2 je označená odparená voda (alebo iné rozpúšťadlo) a index 3 označuje pripravený zahustený roztok. Hodnota hmotnostného zlomku w_2 je rovná nule. Bilančná schéma má tvar:



2.3 Praktické cvičenie – počítanie príkladov

Téma č. 5: *Počítanie príkladov zameraných na zloženie a prípravu roztokov*

3 Odmerná analýza

Odmerná analýza (volumetrická analýza) patrí medzi kvantitatívne metódy chemickej analýzy. Všeobecne by sme mohli metódy kvantitatívnej analýzy rozdeliť na chemické a inštrumentálne metódy. K chemickým metódam patria odmerná analýza (volumetria) a vážková analýza (gravimetria). Inštrumentálne metódy sa rozdeľujú na elektrochemické, optické, termické a separačné. My sa budeme v tejto kapitole bližšie venovať volumetrii.

Pod odmernou analýzou rozumieme také stanovenie látok, ktoré je založené na zistení objemu odmerného roztoku skúmadla so známou koncentráciou potrebného na úplné zreagovanie stanovovanej zložky v analyzovanom roztoku.

Proces, pri ktorom sa k stanovovanej látke postupne pridáva známe množstvo skúmadla (najčastejšie vo forme odmerného roztoku), sa nazýva titrácia. Odmerný roztok je roztok odmerného činidla, t. j. látky, ktorá reaguje so stanovovanou látkou. Koncentrácia odmerných roztokov sa v odmernej analýze vyjadruje výhradne látkovou koncentráciou (mol.l^{-1}). Ak je k dispozícii čistá látka s presne definovaným chemickým zložením, možno po jej odvážení pripraviť roztok s presnou koncentráciou. Vo väčšine prípadov však nie je možné ani po presnom odvážení pripraviť odmerný roztok s presnou, ale len s približnou koncentráciou. Odchýlky od presnej koncentrácie sa určujú štandardizáciou pomocou roztokov o známej koncentrácii, alebo pomocou tzv. štandardných (základných) látok, ktorých roztoky majú pri presnom vážení presnú látkovú koncentráciu. Medzi základné látky patrí najmä $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ (kyselina šťaveľová), Na_2CO_3 , KBrO_3 (bromičnan draselný) a iné.

Požiadavky na základné látky možno zhrnúť do nasledujúcich bodov:

1. Obsah nečistôt spravidla nesmie presahovať 0,05 %.
2. Zloženie základných látok sa počas uskladnenia nemá meniť, napr. vplyvom vzduchu, CO_2 , vlhkosti a zmien teploty.
3. Príprava základných látok z preparátov, ktoré sú komerčne dostupné, má byť jednoduchá. Uprednostňujú sa tuhé látky.
4. Spôsoby kontroly čistoty majú byť jednoduché, spoľahlivé a s definovanou medzou dokázateľnosti a stanoviteľnosti pre predpokladané nečistoty.
5. Na zníženie chýb váženia sa vyžaduje, aby mali veľkú mólovú hmotnosť.
6. Základná látka má byť za podmienok analýzy dobre rozpustná.
7. Pri štandardizácii nesmie prebiehať vedľajšia reakcia a nesmú vzniknúť produkty, ktoré by rušili napríklad použitie chemických indikátorov.
8. Pri výbere základnej látky spolurozhoduje aj jej cena a dostupnosť.

Pri titrácii sa pridáva z byrety odmerný roztok „B“ k stanovovanej látke „A“ dovtedy, kým reakcia neprebehne kvantitatívne, v stechiometrickom pomere stanovovanej látky a odmerného roztoku. Stav, pri ktorom je pridané látkové množstvo skúmadla (titrantu) chemicky ekvivalentné látkovému množstvu prítomnej stanovovanej zložky (titrandu), sa označuje ako bod ekvivalencie (tiež stechiometrický bod, alebo teoretický koncový bod titrácie). Na zistenie dosiahnutia tohto stavu sa používajú rôzne spôsoby indikácie, ktoré využívajú výrazné zmeny niektorej vlastnosti titrovaného roztoku v najbližšom okolí bodu ekvivalencie. Signál vykazovaný indikačným systémom označuje koncový bod titrácie (koniec titrácie). Bod ekvivalencie sa najčastejšie stanovuje vizuálne pomocou tzv. chemických indikátorov, prípadne vznikom zákalu, resp. zrazeniny, alebo sa určuje aj meraním vhodnej fyzikálnej veličiny (napr. potenciál pri potenciometrickej titrácii, vodivosť pri konduktometrickej titrácii, absorbanca pri fotometrickej titrácii).

Zo spotreby použitého odmerného roztoku je možné následne vypočítať množstvo látky „A“ vo vzorke. Podmienkou je, že máme predstavu o kvalitatívnom zložení analyzovanej vzorky a že s odmerným roztokom kvantitatívne reaguje vo vzorke len jedna z prítomných zložiek.

Grafickým znázornením vyjadrenia závislosti niektorej vhodnej vlastnosti titrovaného roztoku od objemu odmerného roztoku je titračná krivka. Vhodnou vlastnosťou môže byť redox potenciál, pH, elektrická vodivosť a pod.

Chemická reakcia, ktorá je základom odmerného stanovenia, musí byť:

- jednoznačná, aby sa dala opísať chemickou rovnicou,
- stechiometrická, aby umožňovala výpočet stanovovaného látkového množstva,
- kvantitatívna, prakticky aspoň na 99,9 %,
- dostatočne rýchla, aby sa po každom prídavku odmerného roztoku dosiahla rovnováha reakcie a musí umožňovať sledovanie priebehu reakcie, indikáciu stupňa a konca titrácie

Rýchle chemické reakcie umožňujú priamu titráciu stanovovanej látky. Reakcie, ktoré prebiehajú pomalšie, sú analyzované tzv. spätnou titráciou, keď sa ku vzorke pridáva známy prebytok odmerného roztoku, ktorý reaguje so stanovovanou zložkou vo vzorke, po prebehnutí reakcie sa nezreagovaná časť odmerného roztoku stanoví pomocou iného odmerného roztoku. Obsah stanovovanej zložky vo vzorke sa potom vypočíta z rozdielu látkových množstiev odmerného roztoku pridaného v prebytku a jeho nezreagovaného podielu.

3.1 Metódy odmernej analýzy

Podľa povahy reakcie, ktorá prebieha medzi stanovovanou látkou a odmerným činidlom, odmernú analýzu rozdeľujeme na tieto základné typy:

- 1. Neutralizačná** (protolytická, acidobázická) – založená na protolytických rovnováhach tzn. na výmene protónov (H^+) medzi reagujúcimi časticami. Odmerná analýza založená na acidobázických reakciách vo vodných roztokoch využíva na stanovenie kyselín a zásad neutralizáciu. Titrantom je roztok silnej kyseliny alebo zásady s koncentraciami cca $0,1 \text{ mol.l}^{-1}$. Pridávaním odmerného roztoku k stanovovanej látke nastáva zmena pH reakčnej sústavy. Metódy, pri ktorých sa meria objem odmerného roztoku kyseliny so známou koncentráciou, ktorý treba pridať k titrovanému roztoku zásady, aby sa dosiahol bod ekvivalencie, sa nazývajú acidimetrické (acidimetria). Naopak, pri stanovení kyselín sa určuje spotrebovaný objem odmerného roztoku zásady a metódy sa preto nazývajú alkalimetrické (alkalimetria). Detailnejšie sa budeme acidobázickým titráciám venovať v podkapitole 3.4;
- 2. Oxidačno-redukčná** – založená na výmene elektrónov medzi odmerným roztokom a stanovovanou látkou, pričom sa mení ich oxidačný stupeň. Ak má odmerný roztok oxidačné účinky hovoríme o oxidimetrii, ak redukuje stanovovanú látku hovoríme o reduktometrii. Niekedy sa nazývajú tieto metódy aj podľa použitého druhu odmerného roztoku napr. manganometria (na titráciu sa využíva oxidačné činidlo – roztok manganistanu \rightarrow manganistan draselný, ktorý je zároveň indikátorom), jodometria (využíva sa odmerný roztok tiosíranu sodného pri stanovení oxidovadiel, alebo vodný roztok elementárneho jódu pri stanovení redukovadiel), titanometria (na titráciu sa využíva redukčné činidlo – roztok titanitej soli \rightarrow chlorid titanitý v HCl), cerimetria (ako odmerné roztoky sa používajú roztoky ceričitých solí, ktoré patria k najsilnejším oxidačným činidlám používaným na titráciu vo vodných prostrediach \rightarrow síran ceričitý v kyseline sírovej), bromátometria (odmerným roztokom je roztok bromičnanu draselného), bichromatometria (odmerným roztokom je roztok dichrómanu draselného). Popri manganometrii je jodometria jednou z najpoužívanejších metód oxidačno-redukčných titrácií.

3. **Zrážacia** – založená na zrážacích reakciách, pri ktorých vznikajú ťažko rozpustné alebo nedisociované látky → zrazeniny. Pri odmernom stanovení sa málo rozpustná látka z roztoku neizoluje, iba sa vhodným postupom indikuje úplné zreagovanie sledovanej zložky s činidlom. Z objemu použitého činidla, jeho známej koncentrácie a na základe stechiometrie prebiehajúcej reakcie môžeme vypočítať objem, resp. koncentráciu sledovanej zložky vo vzorke. Z odmerných metód založených na zrážacích reakciách je najpoužívanejšia argentometria, ktorá je založená na vzniku málo rozpustných strieborných solí halogenidov (Cl⁻, Br⁻, I⁻) a pseudohalogenidov (CN⁻, SCN⁻). Ako odmerné roztoky sa používajú 0,01 – 0,1 mol.l⁻¹ roztoky AgNO₃ pre priame titrácie uvedených aniónov a 0,1 mol.l⁻¹ roztoky KSCN (tiokyanatan draselný) alebo NH₄SCN (tiokyanatan amónny) pre spätné titrácie a stanovenie Ag⁺. Pri priamych titráciách titrujeme stanovovaný ión priamo odmerným roztokom AgNO₃, ale pri spätných pridávame k stanovovanému iónu nadbytok odmerného roztoku AgNO₃ a jeho nadbytok titrujeme odmerným roztokom tiokyanatanu. Na štandardizáciu odmerného roztoku AgNO₃ sa používajú základné látky NaCl alebo KCl. Koniec argentometrických titrácií môžeme indikovať rôznym spôsobom. Z technických metód indikácie sa pre priame titrácie používajú metódy Mohrova (indikátorom je chróman draselný) a Fajansova (využívajú sa adsorpčné indikátory napr. fluoresceín). Pre spätné titrácie sa používa metóda Volhardova. Z inštrumentálnych metód sú vhodné potenciometria so striebornou indikačnou elektrodou alebo konduktometria.
4. **Komplexometrická** – založená na komplexotvorných reakciách, pri ktorých vznikajú charakteristické málo rozpustné komplexné zlúčeniny s kationmi kovov. Komplexometrické titrácie sa uskutočňujú v tlmivom roztoku, pretože pH prostredia ovplyvňuje stabilitu komplexov. K najdôležitejším metódam patrí chelatometria a merkurimetria. Chelatometria je založená na reakcii kationu kovu v roztoku s aniónom aminopolykarboxylovej kyseliny ako ligandu. Vzniká pritom stabilný produkt – chelát

(t. j. komplex s cyklickými útvarmi), kation kovu je v cheláte viazaný viacerými väzbami. Medzi najčastejšie používané odmerné roztoky patrí kyselina etyléndiaminotetraoctová = EDTA. V merkurimetrii sa ako odmerný roztok používa dusičnan ortuťnatý a ako indikátor sa najčastejšie využíva difenylkarbazid alebo nitroprusid sodný (Votočkova metóda). Odmerné roztoky sa štandardizujú rovnako ako v argentometrii použitím NaCl. Pomocou merkurimetrie sa stanovujú napr. chloridy v moči a v sére.

3.2 Indikátory

Ako už bolo vyššie spomenuté, indikovať bod ekvivalencie je možné viacerými spôsobmi. Buď využívame vizuálne spôsoby, ktoré spočívajú v sledovaní výrazných farebných zmien chemických indikátorov či samotného titračného činidla v blízkosti bodu ekvivalencie, alebo využívame fyzikálno-chemické (inštrumentálne) spôsoby. Indikátory môžeme teda definovať ako pomocné chemické látky, ktoré sa používajú na zistenie koncového bodu titrácie. Indikujú dosiahnutie podmienok bodu ekvivalencie. Chemické indikátory sa spravidla zúčastňujú na podobnej chemickej reakcii, aká prebieha medzi stanovovanou zložkou (titrandom) a skúmadlom (titrantom). Klasifikujú sa (podobne ako titrácie) na acidobázické, oxidačno-redukčné, zrážacie a komplexometrické. V rámci týchto jednotlivých skupín je možné indikátory rozlišovať podľa charakteru vykazovaného signálu a spôsobu jeho sledovania.

Acidobázické indikátory sú slabé organické kyseliny a zásady, ktoré zaraďujeme medzi farebné indikátory a ktorých sfarbenie sa mení so zmenou pH. Je ich pomerne veľký počet, avšak spravidla sa dajú rozdeliť do troch skupín látok na: ftaleíny, sulfoftaleíny, azozlúčeniny. Zmena sfarbenia indikátora súvisí so zmenou jeho štruktúry a zloženia, ktorá je spôsobená zmenou pH prostredia. Sfarbenie zlúčeniny vzniká tým, že zlúčenina absorbuje niektorú časť viditeľného žiarenia (modrú, žltú, zelenú alebo červenú), čo je

podmienené jej štruktúrou. Len čo sa štruktúra látky zmení, dochádza aj k zmene jej absorpcie viditeľného žiarenia, a tým aj k zmene sfarbenia zlúčeniny. Niektoré indikátory majú jednu formu bezfarebnú a druhú sfarbenú → jednofarebné indikátory (sú farebné iba na jednej strane farebného prechodu, napr. fenolftaleín, ktorého kyslá forma je bezfarebná, ale zásaditá forma je červená) a niektoré majú obe formy rôzne sfarbené → dvojfarebné indikátory (sú farebné na oboch stranách farebného prechodu, napr. bromtymolová modrá, ktorej kyslá forma je žltá a zásaditá modrá). Ľudské oko je schopné postrehnúť farebnú zmenu až v momente, keď je už aspoň 10 % jednej formy indikátora premenenej na druhú formu a prestane vnímať zmenu sfarbenia, keď bude približne 90 % jednej formy premenenej na druhú. Počet acidobázických indikátorov je veľký a svojimi funkčnými oblasťami prakticky pokrývajú celú oblasť stupnice pH. V praxi sa na zvýšenie vizuálnej odlišiteľnosti farebnej zmeny používajú aj zmiešané indikátory. Sú to zmesi indikátorov rovnakej funkcie, ktoré síce majú približne rovnakú funkčnú oblasť, ale sú zvolené tak, že výsledná farebná zmena je výraznejšia, ako keby sa použil samotný indikátor (napr. zmes brómkrezolová zelená a metylčervená). Farebnú zmenu indikátora pri dosiahnutí určitej hodnoty pH môžeme ďalej zvýrazniť tým, že pridáme do roztoku farbivo, ktoré má pri danom pH doplnkové sfarbenie k farbe použitého indikátora. Získame tak tzv. *tieneý indikátor*. Príkladom takéhoto typu indikátora je Tashiro indikátor, ktorý vznikol zmiešaním metylčervene, keď je zvýraznenie farebnej zmeny z červenej cez oranžovú až do žltej farby dosiahnuté pridaním metylénovej modrej. Sfarbenie Tashiro indikátora bude potom do pH 5,2 červenofialové, pri pH 5,4 prechádza do šedomodrej a nad pH 5,6 je zelené. Vystriedanie týchto farebných odtieňov je výraznejšie ako pôvodná farebná zmena metylčervene a súčasne to znamená zúženie funkčnej oblasti. Zvláštnym typom zmiešaných indikátorov sú *univerzálne indikátory*. Získajú sa zmiešaním viacerých indikátorov, ktoré sú volené tak, aby ich funkčné oblasti na seba nadväzovali, takže v rozmedzí pH od 0 do 14 sa plynule mení sfarbenie (napr. červené, žlté, zelené, modré). Podľa odtieňa farby

je možné odhadnúť pH s presnosťou na jednotku až pol jednotky. Univerzálne indikátory sa používajú iba na približné určovanie pH roztokov, pri titráciách sa preto nepoužívajú.

Na indikáciu je tiež možné využiť aj látky, ktoré pri ožiarení žiarením vhodnej vlnovej dĺžky vykazujú v bode ekvivalencie zmenu fluorescenčných vlastností.

Pri oxidačno-redukčných titráciách sa využívajú na indikáciu bodu ekvivalencie **oxidačno-redukčné indikátory**. Sú to organické zlúčeniny, ktorých redukovaná forma má iné sfarbenie ako oxidovaná forma. V prítomnosti nadbytku oxidovadla nadobúdajú zafarbenie svojej oxidovanej formy a v prítomnosti redukovadla zafarbenie redukovanej formy. Kým acidobázické indikátory menia svoje sfarbenie v závislosti od acidity prostredia, oxidačno-redukčné indikátory menia sfarbenie pri zmene oxidačno-redukčného potenciálu reakčnej sústavy. Využíva sa napr. ferroín, difenylamín, metylénová modrá a v jodometrii je najpoužívanejším indikátorom škrobový maz.

Pri zrážacích reakciách sa ako indikátory využívajú špecifické reagenty, ktoré s prebytkom zrážadla tvoria farebne odlišné zrazeniny, alebo rozpustné zlúčeniny, preto ich nazývame **zrážacie indikátory**. Používajú sa aj adsorpčné indikátory (napr. fluoresceín), pri ktorých sa využíva zmena adsorpcie indikátora na zrazenine v bode ekvivalencie.

Ako **komplexometrické indikátory** sa používajú napr. murexid, pyrokatechínová violet a iné. Predstavujú organické zlúčeniny, ktoré tvoria s kationmi kovu farebné komplexy. Koniec titrácie zisťujeme pri chelatometrických titráciách vizuálne, pomocou indikátorov, ktoré dávajú so stanovovaným kovovým iónom farebne odlišné komplexy. Indikátory používané v rámci chelatometrických titrácií sú zväčša slabé organické kyseliny alebo zásady. Na ich farebnú zmenu pôsobí aj zmena pH, preto sa chelatometrické titrácie uskutočňujú v dostatočne tlmených roztokoch, v ktorých sa pH počas stanovenia nemení. V takom prípade reaguje komplexotvorne iba jedna, príslušne deprotonizovaná forma indikátora. **Chelatometrické indikátory** delíme na jednofarebné a metalochrómne.

Jednofarebné indikátory sú bezfarebné látky, ktoré v prítomnosti stanovovaného kovového iónu vytvárajú farebné komplexy (napr. tiokyanatan, ktorý s iónmi Fe^{3+} vytvára intenzívne červené komplexy). Aj metalochrómné indikátory vytvárajú farebné komplexné zlúčeniny s iónmi kovov. Tieto indikátory sú z hľadiska chemického zloženia látky typu azofarbív a trifenylmetánových farbív. Najčastejšie používanými indikátormi z tejto skupiny sú eriochrómová čerň T, murexid a xylénová oranžová. Podmienkou na výber indikátora je, že komplex kovu s indikátorom musí byť menej stály ako komplex kovu s titračným činidlom.

Vizuálne indikátory sa charakterizujú funkčnou oblasťou indikátora, čo je rozsah koncentrácií (napr. iónov kovu, iónov H^+ a pod.), v ktorom je možné okom pozorovať zmenu vlastností indikátora (napr. farby, fluorescencie a i.). Obvykle sa vyjadruje intervalom hodnôt záporného dekadického logaritmu koncentrácie (pH) alebo rozsahom potenciálov (oxidačno-redukčné indikátory).

Nevyhnutnou súčasťou procesu titrácie je správna voľba indikátora, ktorá sa riadi podľa nasledujúcich zásad:

1. Koncentračná súradnica bodu ekvivalencie na titračnej krivke (titračný exponent) má byť vo vnútri funkčnej oblasti indikátora.
2. Ak prvej podmienke vyhovujú viaceré indikátory, treba zvoliť ten, ktorého zmenu vlastností je možné okom najcitlivejšie postrehnúť (najvhodnejšie sú indikátory s farebnou zmenou v modrej oblasti spektra, naopak oko najťažšie postrehne zmenu žltého farebného odtieňa) a/alebo ten, ktorý má užšiu funkčnú oblasť
3. Prechod indikátora má byť reverzibilný a rýchly.
4. Indikátor sa nemá zúčastňovať na vedľajších reakciách.
5. Koncentrácia použitého indikátora v titrovanom roztoku má byť čo najmenšia, aby spotreba titračného činidla, ktorá je potrebná na indikátor (na zmenu jeho využívanej vlastnosti napr. farby), bola podľa možnosti zanedbateľná (aby neskresľovala konečný výsledok stanovenia). Na eliminovanie tejto chyby sa preto snažíme pracovať pri opakovaných titráciách s rovnakými malými množstvami indikátora.

6. Koncentrácia roztoku indikátora sa zvyčajne volí tak, aby na vyvolanie zreteľnej zmeny v oblasti bodu ekvivalencie bolo postačujúce prídanie 1 až 2 kvapiek do objemu 30 až 50 ml titrovaného roztoku.
7. Spoľahlivosť určenia bodu ekvivalencie vizuálnou indikáciou je možné zvýšiť, ak sa používajú porovnávacie roztoky, ktorých vlastnosti sú rovnaké ako vlastnosti titrovaného roztoku v bode ekvivalencie.
8. Indikátor musí byť dostatočne rozpustný a jeho zásobné roztoky majú byť stále.

Tab. 1: Stručné zhrnutie metód odmernej analýzy a ich charakteristika

metódy odmernej analýzy	podskupiny	titračné činidlo (odmerný roztok)	indikátor
neutralizačné	alkalimetria	NaOH, KOH	fenolftaleín metyloranž metylčerveň
	acidimetria	HCl, H ₂ SO ₄	bromfenolová modrá
oxidačno-redukčné	manganometria	KMnO ₄	
	jodometria	I ₂ resp. Na ₂ S ₂ O ₃	škrobový maz
zrážacie	argentometria	AgNO ₃	chróman draselný
komplexometrické	merkurimetria	Hg(NO ₃) ₂	nitroprusid sodný difenylkarbazid
	chelatometria	EDTA (kyselina etyléndiaminotet- raoctová)	eriochrómová černá T xylénová oranžová

3.3 Technika a postup odmernej analýzy

Tuhú vzorku alebo základnú látku navažujeme presne s využitím analytických váh s presnosťou na 0,0001 g.

Návažok (alebo kvapalnú vzorku) dáme do kadičky, v ktorej ho rozpustíme a následne kvantitatívne preniesieme do odmernej banky (správny postup tvorby odmerného roztoku je už uvedený v podkapitole 1.3.1). Po doplnení rozpúšťadla po značku pipetujeme alikvótne podiely na jednotlivé titrácie. Nepipetuje sa priamo z banky, ale dobre premiešaný roztok sa odleje do kadičky, vypláchne sa ním kadička, pipeta a až potom sa roztok pipetuje do titračnej banky.

Odmerné roztoky s vhodnou koncentráciou si pripravíme podľa návodu. Týmto roztokom byretu najprv vypláchneme a následne ju ním naplníme. Ak bol na napĺňanie použitý lievik, odložíme ho. Skontrolujeme neprítomnosť vzduchových bublín v byrete, ak treba, tak ich odstránime. Zároveň odstránime kvapky na stenách byrety, ktoré sa nachádzajú nad hladinou kvapaliny. Nakoniec zarovnáme hladinu roztoku v byrete tak, aby sa spodný meniskus titrantu dotýkal značky 0 ml.

Pri pridávaní pomocných látok (napr. indikátorov alebo tlmičových roztokov) treba postupovať podľa návodu. Pridanie väčšieho množstva indikátora môže spôsobiť výraznú titračnú chybu. Navyše treba dať pozor na to, akým spôsobom sa tieto látky pridávajú do titračnej banky. Takéto pridávanie treba robiť po stene nádoby, lebo prudké a neopatrné pridávanie by mohlo spôsobiť vyprsknutie kvapiek z titračnej banky, čo sa následne v prípade priamej titrácie prejaví ako strata stanovovanej látky. Naopak, titračné činidlo vyprsknuté na steny banky a nespláchnuté nadol spôsobí falošne zvýšený výsledok.

Pri titrácii k reakčnej zmesi v titračnej banke pridávame odmerný roztok z byrety a zároveň ju krúživým pohybom miešame. Zmes sa nesmie miešať trepaním, aby sa eliminovalo prskanie látky von. Správnym miešaním zároveň zabraňujeme vystreknutiu kvapaliny po dopade kvapky do roztoku, ku ktorému dochádza

pri dopade na nehybný povrch. Na miešanie pri titrácii môžeme využiť aj magnetické miešadlo. Miesto titračnej banky využívame v tomto prípade Erlenmayerovu banku. Odmerný roztok do titračnej banky pridávame z byrety v súvislom prúde (ak nie je v postupe práce uvedené inak), neskôr po čiastkach a na konci titrácie iba po kvapkách. Pri posledných kvapkách vždy najprv počkáme na ustálenie reakčnej rovnováhy, ktorá je indikovaná buď farebnou zmenou, alebo zmenou sledovanej fyzikálno-chemickej vlastnosti, a až potom pridávame ďalšiu kvapku. Rýchlosť pridávania odmerného roztoku môže byť iná, ak to vyžaduje priebeh chemickej reakcie pri konkrétnej úlohe.

Spotrebu na byrete odčítame asi po 15 sekundách od skončenia titrácie (za ten čas stihol stiečť titrant zo stien byrety na hladinu). Titráciu opakujeme viackrát, pričom jednotlivé spotrebované objemy by sa nemali líšiť o viac ako 0,1 ml.

Pri vizuálnej titrácii treba titrovať na dobre osvetlenom pracovnom mieste, najlepšie pri rozptýlenom dennom svetle. Priame slnečné svetlo nie je vhodné a v prípade umelého osvetlenia treba zvoliť biele svetlo. Farebné zmeny v roztoku sa najlepšie pozorujú proti biemu podkladu (napr. filtračný papier) a tvorba zákalov sa pozoruje najlepšie na čiernom lesklom pozadí.

Na titráciu treba brať také množstvo látky, aby sa spotreba odmerného roztoku na dosiahnutie konca titrácie pohybovala v rozmedzí $1/3$ až $4/5$ celkového objemu byrety.

Výsledok titrácie sa vyjadří buď ako látkové množstvo stanovovanej súčasti „n“, hmotnosť stanovovanej súčasti „m“, alebo ako pomerné zastúpenie stanovovanej súčasti napr. v %. K samotnému výpočtu výsledku titrácie treba poznať stechiometrickú rovnicu stanovenia, objem odmerného skúmadla so známou koncentráciou, prípadne hmotnosť naváženej vzorky, ak sa má výsledok vyjadriť pomerným zastúpením.

3.4 Praktické cvičenie – acidobázická titrácia

Téma č. 6: Acidobázická titrácia

Teória: Acidobázické titrácie sú založené na acidobázických reakciách medzi odmerným roztokom a skúmanou vzorkou. Rozdeľujú sa na dva podtypy podľa druhu použitého titračného činidla, a to na alkalimetriu a acidimetriu. Alkalimetria je titračná metóda na stanovenie kyselín, pri ktorej sa ako titračné činidlo používa odmerný roztok zásady. Acidimetria je metóda na stanovenie zásad pri použití odmerných roztokov kyselín. Využívajú sa odmerné roztoky silných kyselín a silných zásad, slabé kyseliny a zásady sa ako titračné činidlá nevyužívajú, lebo ich reakcia so slabými protolytmi je neúplná, a tým je aj správnosť titrácie a indikácia bodu ekvivalencie zaťažená veľkou chybou. Najbežnejšie používané odmerné roztoky kyselín sú roztoky kyseliny chlorovodíkovej a sírovej. Najčastejšie používané odmerné roztoky hydroxidov sú roztoky hydroxidu sodného a draselného. Zloženie týchto roztokov sa časom mení. Kyseliny prchajú, absorbujú vodu, pohlcujú plyny

Tab. 2: Prehľad najčastejšie používaných acidobázických indikátorov a ich charakteristiky

Indikátor	Farba formy		Funkčná oblasť pH pri 20 °C
	kyslej	zásaditej	
dimetylenová žltá	červená	žltá	2,9 – 4,1
brómfenolová modrá	žltá	modrá	3,0 – 4,6
metyloranž	červená	žltá	3,1 – 4,4
brómkrezolová zelená	žltá	modrá	3,8 – 5,4
metylčerveň	červená	žltá	4,4 – 6,2
brómtymolová modrá	žltá	modrá	6,0 – 7,6
fenolftaleín	bezfarebná	červená	8,2 – 10,0
tymolftaleín	bezfarebná	modrá	9,3 – 10,5

z ovzdušia. Zásady pohlcujú oxid uhličitý zo vzduchu, sú hygroskopické. Nie sú vhodné na prípravu roztokov s presne vyžadovaným zložením. Preto robíme tzv. štandardizáciu (zistujeme skutočnú koncentráciu odmerného roztoku) na vhodnú základnú látku.

Úloha č. 1: Príprava a štandardizácia odmerného roztoku NaOH

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

*Príprava štandardného roztoku kyseliny šťaveľovej
(0,125 mol.l⁻¹):*

Pracovný postup:

1. štandardný roztok kyseliny šťaveľovej pripravte z dihydrátu kyseliny šťaveľovej čistoty p.a. (mol. hmotnosť (COOH)₂·2H₂O je 126,07 g.mol⁻¹)
2. vypočítajte si množstvo dihydrátu kyseliny šťaveľovej, ktoré potrebujete na prípravu štandardného roztoku s objemom 100 ml a s koncentráciou 0,125 mol.l⁻¹
3. na analytických váhach odvážte vypočítané množstvo dihydrátu kyseliny šťaveľovej s presnosťou na desaťtisíciny gramu, rozpustíte v menšom množstve destilovanej vody, kvantitatívne preneste do 100 ml odmernej banky a doplňte destilovanou vodou po rysku
4. obsah banky dôkladne premiešajte

Príprava a štandardizácia odmerného roztoku NaOH (0,25 mol.l⁻¹)

Pracovný postup:

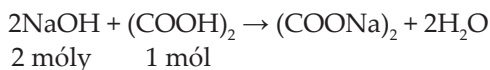
1. vypočítajte si množstvo NaOH, ktoré potrebujete na prípravu odmerného roztoku s objemom 100 ml a s koncentráciou 0,25 mol.l⁻¹ (mol. hmotnosť NaOH je 39,997 g.mol⁻¹)
2. na analytických váhach odvážte vypočítané množstvo NaOH
3. navážené NaOH rozpustíte v menšom objeme destilovanej vody, kvantitatívne prenesť do 100 ml odmernej banky a doplniť destilovanou vodou po značku
4. obsah banky dôkladne premiešajte (získaný roztok NaOH má približnú koncentráciu 0,25 mol.l⁻¹ → spomínaná nepresnosť pri vážení, hygroskopické vlastnosti NaOH)
5. byretu naplniť odmerným roztokom NaOH
6. do titračnej banky napipetujte 10 ml roztoku kyseliny šľaveľovej a pridajte 3 kvapky indikátora (fenolftaleín)
7. titrujte za stáleho miešania na bielom pozadí, kým sa obsah v titračnej banke nezafarbí na ružovo (titráciu opakujte celkovo 3x)
8. spotrebu titračného činidla odčítajte a zapíšte
9. zo spotrieb urobte aritmetický priemer a vypočítajte skutočnú koncentráciu odmerného roztoku NaOH

Výpočty:

Pozorovanie:

Titračná banka	Spotreba NaOH (ml)	Aritmetický priemer spotrieb (ml)
1		
2		
3		

Kyselina šťaveľová $(\text{COOH})_2$ reaguje s NaOH podľa rovnice:



Modelový postup výpočtu skutočnej koncentrácie roztoku NaOH:

Ak na 10 ml štandardného roztoku $(\text{COOH})_2$ ($c = 0,125 \text{ mol.l}^{-1}$) bola priemerná spotreba odmerného roztoku NaOH ($c = 0,25 \text{ mol.l}^{-1}$) 11,4 ml, postupujeme pri výpočte takto:

$$n_{(\text{COOH})_2} = c_{(\text{COOH})_2} \cdot V_{\text{roztoku v tit.b.}} = 0,125 \text{ mol.l}^{-1} \cdot 0,01 \text{ l} = 0,00125 \text{ mol}$$

$$n_{(\text{COOH})_2} : n_{\text{NaOH}} = 1 : 2$$

$$n_{\text{NaOH}} = 2 \cdot n_{(\text{COOH})_2} = 0,0025 \text{ mol}$$

$$c_{\text{NaOH}} = n_{\text{NaOH}} / V_{\text{spotreba v byrete}} = 0,0025 \text{ mol} / 0,0114 \text{ l} = 0,219 \text{ mol.l}^{-1} =$$

skutočná koncentrácia odmerného roztoku NaOH

Výpočet s vlastnou spotrebou odmerného roztoku NaOH:

Záver:

Úloha č. 2: Stanovenie kyseliny octovej v potravinárskom octe

Potravinársky ocot je väčšinou 8 % roztok kyseliny octovej, ktorý je zafarbený karamelom. Záleží však aj na druhu octu, napríklad vínny ocot obsahuje 5 % kyseliny octovej. Karboxylové kyseliny sa vo vodnom roztoku správajú väčšinou ako slabé kyseliny. Slabú kyselinu octovú ($pK_a = 4,76$) možno stanoviť titráciou s odmerným roztokom NaOH na indikátor fenolftaleín.

Chemikálie:

Pracovné pomôcky:

***Príprava a štandardizácia odmerného roztoku NaOH
(0,5 mol.l⁻¹):***

Pracovný postup:

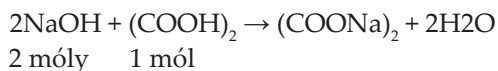
1. vypočítajte si množstvo NaOH, ktoré potrebujete na prípravu odmerného roztoku s objemom 100 ml a s koncentráciou 0,5 mol.l⁻¹
2. na analytických váhach odvážte vypočítané množstvo NaOH
3. navážené NaOH rozpustíte v menšom množstve destilovanej vody, kvantitatívne prenesť do 100 ml odmernej banky a doplniť destilovanou vodou po značku
4. obsah banky dôkladne premiešajte (získaný roztok NaOH má približnú koncentráciu 0,5 mol.l⁻¹ → spomínaná nepresnosť pri vážení, hygroskopické vlastnosti NaOH)
5. byretu naplniť odmerným roztokom NaOH
6. do titračnej banky napipetujte 10 ml roztoku kyseliny šľaveľovej z predchádzajúcej úlohy a pridajte 3 kvapky indikátora (fenolftaleín)
7. titrujte za stáleho miešania na bielom pozadí, kým sa obsah v titračnej banke nezafarbí na ružovo (titráciu opakujte celkovo 3x)
8. spotrebu titračného činidla odčítajte a zapíšte
9. zo spotrieb urobte aritmetický priemer a vypočítajte skutočnú koncentráciu roztoku NaOH

Výpočty:

Pozorovanie:

Titračná banka	Spotreba NaOH (ml)	Aritmetický priemer spotrieb (ml)
1		
2		
3		

Kyselina šťaveľová $(\text{COOH})_2$ reaguje s NaOH podľa rovnice:



Výpočet na zistenie skutočnej koncentrácie roztoku NaOH:

Stanovenie kyseliny octovej

Pracovný postup:

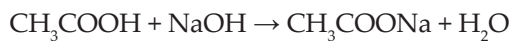
1. byretu naplňte odmerným roztokom NaOH
2. do titračnej banky napipetujte 5 ml octu, pridajte 100 ml destilovanej vody a 3 kvapky indikátora (fenolftaleín)
3. titrujte za stáleho miešania na bielom pozadí, kým sa obsah v titračnej banke nezafarbí na ružovo (titráciu opakujte celkovo 3x)
4. spotrebu titračného činidla odčítajte a zapíšte
5. zo spotrieb urobte aritmetický priemer a vypočítajte skutočnú koncentráciu kyseliny octovej v octe (v objemových percentách)

Pozorovanie:

Titračná banka	Spotreba NaOH (ml)	Aritmetický priemer spotrieb (ml)
1		
2		
3		

Výpočty:

Kyselina octová CH_3COOH reaguje s NaOH podľa rovnice:



Výpočet na zistenie molárnej koncentrácie kyseliny octovej v octe:

Po vypočítaní molárnej koncentrácie kyseliny octovej v octe postupujeme tak, aby sme získali výsledok v percentách, t. j. musíme vypočítať objemový zlomok kyseliny octovej:

$$\varphi = \frac{V_A}{V_R} = \frac{m_A}{\rho_A \times V_R} = \frac{c \times V_R \times M}{\rho_A \times V_R} = \frac{c \times M}{\rho_A}$$

V_A – objem látky

V_R – objem roztoku

$M_{\text{CH}_3\text{COOH}} = 60,052 \text{ g.mol}^{-1}$

$\rho_{\text{A(CH}_3\text{COOH)}} = 1,049 \text{ g.cm}^{-3}$

Záver:

Použitá literatúra

- Argentometria*. Materiál Univerzity Mateja Bela, Fakulta prírodných vied. [online]. [citované 15.08.2023]. Dostupné na internete: <https://www.google.sk/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwix2tSW_ISEA-xX-8rsIHaWIApoQFnoECBAQAQ&url=https%3A%2F%2Fwww.fpv.umb.sk%2Fcms%2FsaveDataFilePublic.php%3Fuid%3Dapackova%26path%3D-DdPq5vHcla_O8xJj-MVc3l9doT9YXMikJ6ry3xbME1cSg5UCm2sRpUTLb-hPDWqyk_mKbH4D_mLQrt8snH4vd3Q%2C%2C&usq=AOvVaw0suVT55AP-pzsWH6b8q50D1&opi=89978449>.
- BORBÉLYOVÁ, V. a kol. *Laboratórne metódy I*. Skriptum k praktickým kurzom biomedicínskeho výskumu pre doktorandov. Ústav Molekulárnej Biomedicíny, Lekárska fakulta, Univerzita Komenského v Bratislave, 2019. [online]. [citované 02.11.2023]. Dostupné na internete: <https://www.fmed.uniba.sk/fileadmin/lf/sluzby/akademicka_kniznica/PDF/Elektronicke_knihy_LF_UK/LABORATORNE_METODY_1.pdf>. ISBN 978-80-223-4837-9.
- DUBOVSKÁ, M. 2018. *Návody na cvičenia z predmetu analytická chémia*. Vysokoškolský učebný text. Trnava: vydavateľstvo Typi Universitatis Tyrnaviensis, 41 s. ISBN 978-80-568-0043-0.
- ECOMED. Mechanické pipety proline. Návod na použitie. 2012. [online]. [citované 06.10.2023]. Dostupné na internete: <<https://ecomed.sk/wp-content/uploads/2019/10/pROLINE-NAVOD-COD.pdf>>.
- HALKO, R., HUTTA, M. 2010. *Vizualizácia laboratória I.: Výučba základov chemickej laboratórnej techniky a bezpečnosti práce v laboratóriu pomocou vizualizácie a motivácie využitím možností počítačovej techniky a internetu*. [online]. Bratislava: Jozef Kuruc – OMEGA INFO. [citované 23.10.2023]. Dostupné na internete: <<https://www.analytika.sk/VIZLAB/zlo/41f.html>>. ISBN: 978-80-89337-06-4.
- HERCEGOVÁ, A. a kol. 2011. *Praktikum z analytickej chémie*. Bratislava: Slovenská technická univerzita v Nákľadateľstve STU, 242 s. ISBN 978-80-227-3555-1.
- Laboratórne cvičenia z vlastností látok. Materiál Katedry chemických strojov a zariadení, Strojnícka fakulta STU v Bratislave. [online]. [citované 20.09.2023]. Dostupné na internete: <http://kchsz.sjf.stuba.sk/download/Laboratorne_prace/LABORATORNE_CVICENIE_4.pdf>.
- ONDREJKOVIČOVÁ, I. a kol. 2017. *Praktikum z anorganickej chémie*. Bratislava: FCHPT STU v Bratislave, 324 s. ISBN 978-80-89597-69-7.
- PAVELEKOVÁ, I, ŽOLDOŠOVÁ, K. 2001. *Laboratórne cvičenia z analytickej chémie*. Vysokoškolské skriptá, PDF TU v Trnave. [online]. [citované 20.06.2023]. Dostupné na internete: <<https://www.google.sk/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwiC3Ifi7PaDAxVZ7AIIHHU7tAJEQFnoECBIQAQ&ur>>.

I=https%3A%2F%2Fpdfweb.truni.sk%2Fdownload%3Fkch%2Fprilohy%2FLab-Cv_AnalCh.pdf&usg=AOvVaw0Dq9xnbBsiKQfgtOfKAp9-&opi=89978449>. ISBN 80-88774-94-2.

- PAVELEKOVÁ, I. 2010. *Analytická chémia pre študentov pedagogických fakúlt*. Vysokoškolské skriptá, PDF TU v Trnave. [online]. [citované 26.07.2023]. Dostupné na internete: <<https://www.google.sk/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwin9PPx6vaDAxW5wQIHHZ9sB24QFnoECBAQAQ&url=https%3A%2F%2Fpdfweb.truni.sk%2Fdownload%3Ffe-skripta%2Fanalchem.pdf&usg=AOvVaw2NFCEJIM8mD8lx2CdGkTnZ&opi=89978449>>. ISBN 978-80-8082-388-7.
- PIPÍŠKA, M. 2021. *Návod na laboratorné cvičenia z biochémie pre učiteľské kombinácie s chémiou*. Vysokoškolské skriptá, PDF TU v Trnave. [online]. [citované 10.06.2023]. Dostupné na internete: <https://www.google.sk/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&ved=2ahUKEwj5o-2c7vaDAxV1zwIHHbP1D3oQFnoECBEQAQ&url=https%3A%2F%2Fpdfweb.truni.sk%2Fdownload%3Ffe-skripta%2Fpipiska-biochemia-2021.pdf&usg=AOvVaw0dd23JxrLFh_IeLh4xGREj&opi=89978449>. ISBN 978-80-568-0229-8.
- POTOČNÁK, I. 2017. *Chemické výpočty vo všeobecnej a anorganickej chémii*. Vysokoškolský učebný text, PF UPJŠ v Košiciach. [online]. [citované 13.11.2023]. Dostupné na internete: <<https://unibook.upjs.sk/img/cms/2017/pf/chem-vypocyt-naweb.pdf>>. ISBN 978-80-8152-523-0.
- REJNEK, J. 2016. *Analytická chemie*. Materiál Univerzity Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem, Přírodovědecká fakulta. [online]. [citované 05.06.2023]. Dostupné na internete: <https://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/ANALYTICKA_CHEMIE.pdf>.
- ŠIMA, J. a kol. 2010. *Anorganická chémia*. Bratislava: Slovenská technická univerzita v Nakladateľstve STU. 480 s. ISBN 978-80-227-3370-0.
- STUPÁK, M. a kol. 2012. *Lekárska chémia. Návod a protokoly na praktické cvičenia*. Ústav lekárskej a klinickej biochémie UPJŠ LF a LABMED, a. s. [online]. [citované 9.08.2023]. Dostupné na internete: <<https://unibook.upjs.sk/img/cms/2012/lf/lekarska-chemia-final.pdf>>. ISBN 978-80-7097-973-0.
- VARGOVÁ, Z. a kol. 2019. *Základné laboratorné cvičenia z anorganickej chémie*. Vysokoškolský učebný text, PF UPJŠ v Košiciach. [online]. [citované 28.09.2023]. Dostupné na internete: <<https://unibook.upjs.sk/img/cms/2019/pf/zakladne-laboratorne-cvicenia-z-anorganickej-chemie-final.pdf>>. ISBN 978-80-8152-794-4.

Kamila Melnikov

Návody na praktické cvičenia z analytickej chémie

Zodpovedný redaktor: PhDr. Jozef Molitor
Grafická úprava a zalomenie: Jana Janíková
Obálka: Mgr. Marek Petržalka

Pre Fakultu zdravotníctva a sociálnej práce Trnavskej univerzity
vydalo vydavateľstvo TYPI UNIVERSITAS TYRNAVIENSIS,
spoločné pracovisko Trnavskej univerzity v Trnave
a VEDY, vydavateľstva Slovenskej akadémie vied, ako 409. publikáciu.

Pripravila VEDA, vydavateľstvo SAV.

ISBN 978-80-568-0640-1 (on-line)

DOI 10.31262/978-80-568-0640-1/2024

ISBN 978-80-568-0640-1 (on-line)