

SLOVENSKÁ POLNOHOSPODÁRSKA UNIVERZITA V NITRE
Fakulta biotechnológie
a potravinárstva Ústav potravinárstva

Ing. Marek Šnirc, PhD., RNDr. Daniel Bajčan, PhD.,
Ing. Pavol Trebichalský, PhD.

LABORATÓRNE POSTUPY Z CHÉMIE

Nitra 2023

Vydala Slovenská poľnohospodárska univerzita v Nitre
vo Vydavateľstve SPU

Autori: Ing. Marek Šnirc, PhD. (4,87 AH)
Ústav potravinárstva
FBP, SPU v Nitre

RNDr. Daniel Bajčan, PhD. (3,10 AH)
Ústav potravinárstva
FBP, SPU v Nitre

Ing. Pavol Trebichalský, PhD. (0,89 AH)
Ústav potravinárstva
FBP, SPU v Nitre

Recenzenti: prof. RNDr. Alžbeta Hegedűsová, PhD.
ÚZ, FZKI, SPU Nitra

doc. PaedDr. Zita Jenisová, PhD.
KCH, FVPI, UKF Nitra

Schválila rektorka Slovenskej poľnohospodárskej univerzity v Nitre dňa 6. 10. 2023
ako skriptá pre študentov SPU.

Táto publikácia bola vytlačená na ekologickom papieri.



© Marek Šnirc, Daniel Bajčan, Pavol Trebichalský, Nitra 2023

ISBN 978-80-552-2651-4

Obsah

Predhovor.....	9
Úvod.....	11
1. Zásady bezpečnosti práce v chemickom laboratóriu	13
1.1 Laboratórny poriadok	13
1.2 Laboratórny protokol.....	15
1.3 Prvá pomoc pri najčastejších laboratórnych úrazoch	17
2. Základné laboratórne zariadenia používané v chemickom laboratóriu	19
2.1 Chemické laboratórium	19
2.2 Materiály používané v chemickom laboratóriu	19
2.2.1 Laboratórne sklo a porcelán	19
2.2.2 Kov, liatina, ocel'	21
2.2.3 Guma, plasty, korok, azbest	22
3. Základné laboratórne operácie	24
3.1 Zostavovanie aparátur	24
3.2 Váženie	24
3.3 Meranie objemu.....	27
3.4 Rozpúšťanie látok.....	34
3.5 Meranie hustoty kvapalín	37
3.6 Meranie teploty.....	38
3.7 Sušenie.....	38
3.8 Zahrievanie, žíhanie a odparovanie	40
3.8.1 Priame zahrievanie	40
3.8.2 Nepriame zahrievanie.....	43
3.9 Chladenie.....	46
3.10 Meranie pH.....	48
4. Separačné metódy.....	53
4.1 Filtrácia.....	53
4.1.1 Filtrácia pri atmosférickom tlaku	53
4.1.2 Filtrácia pri zníženom tlaku.....	55
4.2 Sedimentácia a odstred'ovanie.....	59
4.3 Kryštalizácia.....	63
4.3.1 Kryštalizácia zrážaním	64
4.3.2 Kryštalizácia odparením rozpúšťadla.....	65
4.3.3 Kryštalizácia zmenou teploty	65

4.4	Opakovaná kryštalizácia – rekryštalizácia	66
4.5	Triturácia	70
4.6	Extrakcia a delenie vzájomne nemiešateľných kvapalín	70
4.7	Vysol'ovanie a zrážanie	73
4.8	Destilácia.....	74
4.8.1	Destilácia za normálneho alebo zníženého tlaku.....	74
4.8.2	Frakčná destilácia	77
4.8.3	Destilácia vodnou parou.....	78
4.9	Sublimácia	80
5.	Chemická kinetika.....	82
6.	Kvantitatívna analýza látok	86
6.1	Odmerná analýza.....	86
6.2	Vážková analýza.....	93
7.	Kvalitatívna analýza látok	96
7.1	Úvod.....	96
7.2	Chemické skúmadlá.....	97
7.2.1	Čistota chemických činidiel.....	97
7.3	Plameňové skúšky.....	98
7.3.1	Interpretácia výsledkov z plameňovej skúšky.....	98
7.3.2	Limity plameňových testov.....	99
7.4	Skupinové reakcie katiónov.....	99
7.4.1	Delenie katiónov.....	100
7.4.2	Dôkaz katiónov.....	100
7.4.3	Dôkazové reakcie vybraných katiónov, aniónov a prvkov s významnou biologickou úlohou.....	101
7.5	Dôkazové reakcie vybraných aniónov.....	106
7.5.1	Delenie aniónov.....	106
8.	Tabuľky.....	111
9.	Literatúra	113

Zoznam obrázkov

Obr. 1:	Priepadenie laboratórneho kruhu alebo klemy svorkou k laboratórnemu stojanu.....	24
Obr. 2:	Správne odčítanie objemu kvapaliny.....	28
Obr. 3:	Automatická pipeta	30
Obr. 4:	Metóda postupného rozpúšťania naváženej presnej hmotnosti (5g) neznámej látky	36
Obr. 5:	Metóda postupného rozpúšťania naváženej presnej hmotnosti (1g) neznámej látky	36
Obr. 6:	Závislosť tlaku vodných pár $p(\text{H}_2\text{O})$ na prírastku hmotnosti sušidla m (%).....	39
Obr. 7:	Základné typy sklenených exsikátorov	40
Obr. 8:	Laboratórne kahany	41
Obr. 9:	Distribúcia teplôt v oxidačnom plamene	42
Obr. 10:	Vodný kúpel'	44
Obr. 11:	Základné druhy laboratórnych chladičov	46
Obr. 12:	Filtrácia pri atmosférickom tlaku	54
Obr. 13:	Príprava jednoduchého a skladaného filtra	55
Obr. 14:	Aparatúra na odsávanie za zníženého tlaku	56
Obr. 15:	Vznik filtračného koláča	56
Obr. 16:	Schematické znázornenie diferenciálneho usadzovania so segregáciou častíc..	59
Obr. 17:	Schematické znázornenie hydrocyklóny	60
Obr. 18:	Schéma cetrifúgy a centrifugačného procesu	61
Obr. 19:	Sily pôsobiace pri odstred'ovaní	61
Obr. 20:	Krivky rozpustnosti rôznych anorganických látok	64
Obr. 21:	Laboratórna zostava na extrakciu pomocou oddel'ovacieho lieviku	71
Obr. 22:	Aparatúra pre destiláciu za normálneho, resp. za zníženého tlaku	75
Obr. 23:	Rektifikačná kolóna	78
Obr. 24:	Aparatúra pre destiláciu vodnou parou	79
Obr. 25:	Aparatúra pre odmernú analýzu	87
Obr. 26:	Spôsoby uskutočnenia niektorých krokov vážkovej analýzy	94

Zoznam tabuliek

Tab. 1:	Hustota vody pri rôznych teplotách	33
Tab. 2:	Koeficienty štatistických parametrov pre spracovanie malých súborov experimentálnych dát (pre hladinu významnosti $\alpha = 95\%$)	33
Tab. 3:	Namerané hodnoty veličín pre kalibráciu pipiet	33
Tab. 4:	Základné údaje na prípravu roztokov	35
Tab. 5:	Príprava roztokov	50
.....
Tab. 6:	Výsledky pozorovaní	51
Tab. 7:	Príprava roztokov a výsledky meraní	51
Tab. 8:	Príprava roztokov a výsledky meraní	52
Tab. 9:	Farby plameňa pri plameňových skúškach vybraných prvkov (katiónov)	98
Tab. 10:	Skúmadlá využívané v kvalitatívne analýze	100
Tab. 11:	Hustoty a hmotnostné percentá vodných roztokov amoniaku NH_3 pri 20°C	112
Tab. 12:	Hustoty a hmotnostné percentá vodných roztokov HCl pri 20°C	112
Tab. 13:	Hustoty a hmotnostné percentá vodných roztokov HNO_3 pri 20°C	112
Tab. 14:	Hustoty a hmotnostné percentá vodných roztokov H_2SO_4 pri 20°C	113

Zoznam úloh

Úloha 1:	Porovnajte presnosť navažovania na rýchlováhach a analytických váhach	27
Úloha 2:	Váženie látok na digitálnych rýchlováhach	27
Úloha 3:	Pripravte roztoky Cu^{2+} s koncentráciami: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 g Cu/l s objemom 100 ml, ak koncentrácia zásobného roztoku Cu^{2+} je 10 g Cu/l	30
Úloha 4:	Overte správnosť pipetovania delenou pipetou	31
Úloha 5:	Pripravte vodný roztok etanolu o objeme 50 ml a zloženia – 50 obj.% etanolu. Správne zloženie výsledného roztoku overte pomocou pyknometra...	31
Úloha 6:	Určite hustotu vody	31
Úloha 7:	Kalibrácia sklenej a automatickej pipety	31
Úloha 8:	Pomocou byrety zistite objem jednej kvapky vody	34
Úloha 9:	Pripravte roztoky sacharózy a chloridu sodného o rôznom zložení	35
Úloha 10:	Zistite v laboratóriu rozpustnosť neznámej chemickej zlúčeniny	36
Úloha 11:	Zmerajte hustotu kvapalín hustomerom (vztlakovou metódou) a pyknometrom (vážkovou metódou)	37
Úloha 12:	Žíhaním a následným výpočtom zistite percentuálny obsah minerálnych látok (popola) vo vzorke	45
Úloha 13:	Príprava účinnej chladiacej zmesi chloridu sodného a vody	47
Úloha 14:	Pozorujte rýchlosť chladenia roztoku H_2SO_4 chladiacou zmesou ľad-voda.....	47
Úloha 15:	Zo 4 anorganických látok (NaCl, NaOH, KI, NH ₄ Cl) vyberte tie, ktoré sú vhodné na prípravu chladiaceho média	48
Úloha 16:	Vyberte vhodný prírodný pH indikátor. Určite/odhadnite pH roztokov pomocou vybraných prírodných pH indikátorov	49
Úloha 17:	Zistite sfarbenie acidobázických indikátorov vo vodných roztokoch kyselín, zásad a solí	49
Úloha 18:	Zistite pH roztokov rôznych kyselín, zásad a solí pomocou indikátorového papierika a pH metra	49
Úloha 19:	Určte pH sledovaných roztokov rôznych kyselín, zásad a solí pomocou acidobázických indikátorov	50
Úloha 20:	Pripravte acetátové tlmivé roztoky a overte ich pH	51
Úloha 21:	Sledujte funkčnosť a tlmivú kapacitu tlmivých roztokov	52
Úloha 22:	Rozseparujte zmes troch tuhých látok (SiO_2 + NaCl + CaCO ₃) na jednotlivé zložky	57
Úloha 23:	Pripravte chroman bárnatý z 0,5 g chloridu bárnatého	58
Úloha 24:	Rozseparujte zmes dvoch tuhých látok (SiO_2 + NaCl) na jednotlivé zložky....	58
Úloha 25:	Prečistite 8 gramov modrej skalice CuSO ₄ .5 H ₂ O rekryštalizáciou.....	66
Úloha 26:	Pripravte 5 g chloridu amónneho neutralizáciou roztoku 35% kyseliny chlorovodíkovej HCl roztokom 26 % amoniaku NH ₃	67
Úloha 27:	Pripravte dodekahydriát síranu draselného – hlinitého AlK(SO ₄) ₂ .12 H ₂ O z 50 g oktadekahydruátu síranu hlinitého	68
Úloha 28:	Pripravte síran tetraammin-aquamed'natý [Cu(H ₂ O)(NH ₃) ₄]SO ₄ z 3 gramov modrej skalice CuSO ₄ .5 H ₂ O	69
Úloha 29:	Pripravte 5 gramov hexakyanoželeznatanu železitého Fe ₄ [Fe(CN) ₆] ₃	69
Úloha 30:	Vyizolujte teobromín extrakciou z kakaa	72
Úloha 31:	Spektrofotometricky stanovte celkový obsah karotenoidov v mrkve	72
Úloha 32:	Izolujte kofeín z čaju alebo kávy extrakciou	73
Úloha 33:	Pripravte destilovanú vodu	76
Úloha 34:	Pripravte heptahydriát síranu železnatého z 3 gramov železa	76

Úloha 35: Destiláciou za normálneho tlaku rozdeľte zmes acetón-voda a zostrojte destilačnú krivku	77
Úloha 36: Destiláciou vodnou parou izolujte vonné silice z citrusovej kôry	79
Úloha 37: Izolujte kofeínu z čaju alebo kávy sublimáciou	81
Úloha 38: Sledujte ovplyvňovanie rýchlosťi redoxnej reakcie zmenou koncentrácie	84
Úloha 39: Sledujte ovplyvňovanie rýchlosťi redoxnej reakcie zmenou teploty	84
Úloha 40: Sledujte ovplyvňovanie rýchlosťi redoxnej reakcie katalyzátorom	85
Úloha 41: Sledujte ovplyvňovanie rýchlosťi rozkladnej reakcie peroxidu vodíka katalyzátorom	85
Úloha 42: Stanovte koncentráciu kyseliny chlorovodíkovej HCl vo vzorke a porovnajte ju so skutočnou hodnotou	88
Úloha 43: Stanovte koncentráciu kyseliny sírovej H_2SO_4 vo vzorke a porovnajte ju so skutočnou hodnotou	90
Úloha 44: Stanovte látkovú aj hmotnostnú koncentráciu chloridov vo vzorke	91
Úloha 45: Stanovte hmotnosť kyseliny askorbovej v tabletách Celaskonu®	92
Úloha 46: Stanovte hmotnosť železa vo vzorke	94
Úloha 47: Urobte nasledovné dôkazové reakcie vybraných iónov a výsledok porovnajte s teóriou	101

Predhovor

Skriptá „Laboratórne postupy z chémie“ sú určené ako pomocná na výučbu chemických disciplín pre študentov bakalárskeho stupňa na SPU v Nitre. Skriptá majú slúžiť na výučbu predmetov Anorganická chémia, Chémia, Základy chémie a Chemické laboratórne techniky. Zároveň z obsahového hľadiska môžu byť doplnkovým materiálom aj pre iné predmety vyučované na Ústavе potravinárstva, SPU v Nitre.

Úspešné zvládnutie cvičení z chémie vyžaduje nielen praktickú zručnosť pri práci v chemickom laboratóriu, ale i teoretické vedomosti jednotlivých tém. Preto praktickému cvičeniu musí predchádzať dôkladné individuálne štúdium teoretických základov príslušných prác z týchto skript, ale i z odporúčaných učebníc. Je to nevyhnutné aj z toho dôvodu, že nie všetky témy cvičenia časove nadväzujú na látku preberanú v prednáškach.

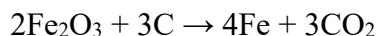
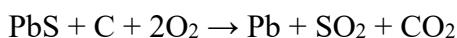
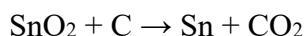
Túto učebnú pomocnicu sme spracovali ako základné požiadavky vo forme vybraných kapitol z problematiky vybavenia a pomocok v chemickom laboratóriu, základných laboratórnych operácií, najvýznamnejších deliacich metód, ako i kvalitatívnej a kvantitatívnej chemickej analýzy pre zvládnutie laboratórnej rutiny absolventom stredných škôl a gymnázií, kde je nízka, alebo žiadna výmera praktických cvičení pri výučbe chémie. Skriptá sú koncipované tak, aby zodpovedali náročným požiadavkám pre štúdium nadväzných odborných predmetov.

Autori

Úvod

Základné chemické laboratórne operácia ako sú ohrev, chladenie, sušenie alebo filtracia sú známe od nepamäti. Najstarší proces, ktorý človek začal zámerne využívať bolo sušenie s využitím slnka a vzduchu. Prvý veľký milník prinieslo ovládnutie ohňa, ohrev a žíhanie. Išlo o prvé procesy úpravy potravín. Ďalším milníkom bol objav keramiky. Existencia nádob umožnila prvé operácie s kvapalinami, čo umožnilo lúhovať prírodné látky a využitie prvého biologického procesu, ktorým bola jednoduchá fermentácia. Ľudia začali kvapaliny miešať, čím dosiahli zrýchlenie chemických procesov v kvapalinách, suspenziach a ďalších zmesiach. V súvislosti s úpravou potravín a prípravou pokrmov sa využívali mechanické operácie ako drvenie, preosievanie, mletie alebo triedenie. Na triedenie materiálov sa začala využívať rozdielna rýchlosť usadzovania látok vo vode. Striedavou suspendáciou (rozptýlením tuhých častíc do kvapaliny) a sedimentáciou (usadzovaním) sa dodnes napr. ryžuje zlato. Mechanická separácia častíc cedením (filtrácia) po lúhovaní alebo drvení umožnila ľuďom získavať oleje, farbivá, vonné látky, liečivá, prípadne jedy. Spojenie varu a následnej kondenzácie vzniknutých párov umožnilo využívať destiláciu na získavanie chemicky čistých látok. Predchodom moderného destilačného zariadenia bola krvuľa alebo retorta. Postupným odparovaním vody z roztoku dochádza ku kryštalizácii. Kryštalizáciou sa získavala kuchynská soľ (NaCl) z morskej vody, ktorá sa používala ako konzervačné činidlo pre skladovanie potravín.

Dôležitým zistením bolo, že nedohorené uhlíky horia lepšie a bez dymu (oxidačne) ako samotné drevo (ktoré pri nedokonalých podmienkach horí redukčným plameňom). Toto zistenie umožnilo pri procesoch využívať vyššie teploty, čo sa využívalo predovšetkým na získavanie čistých kovov, ako napr. cínu, olova alebo železa:



K zaisteniu správnej oxidácie sa vyvinuli mechy na obohacovanie reakčnej zmesi kyslíkom. Žíhaním hornín dokázali naši predkovia vytvoriť pálené vápno z vápenca ($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$). Pálené vápno sa chovalo zaujímavo v reakcii z vodou, čím získali zásadité hasené vápno $/\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$. Zásadité vlastnosti vykazoval aj výluh z popola K_2CO_3 alebo Na_2CO_3 . Pokial' sa tento výluh zbavil vody postupným a pomalým odparením, dochádzalo k vzniku veľkých kryštálov solí. Rýchle odstránenie vody viedlo k vylúčeniu rozpustených látok v mikrokryštalickej forme, spravidla bez kryštálovej vody, ktoré sa nazýva kalcinácia. Kalcinácia bol základ pre alchymistov, ktorí stáročia hľadali možnosti získavania alternatívnych zdrojov ušľachtilých kovov, najmä zlata. Práve alchymisti začali intenzívne využívať proces žíhania, pálenia a praženia látok za prístupu vzduchu za účelom odstránenia vody a oxidu uhličitého. Alchymistom môžeme vďačiť za odhalenie a postupné spresňovanie významných prírodných zákonov, ktoré začali formovať začiatky modernej chémie. Snaha alchymistov bola v mnohých prípadoch mŕtva, keď nakoniec zistili, že v prírode sa zlato v zlúčeninách prakticky nevyskytuje. V tomto období (16. – 18. stor.) začalo zjednocovanie chémie.

Výraznejšia diferenciácia chémie nastala v 19. storočí, keď sa vyprofilovali základné chemické disciplíny: anorganická chémia, organická chémia, fyzikálna chémia a ī. Medzníkom v rozvoji anorganickej chémie bol objav periodického zákona (D. I. Mendelejev, 1869) a vznik teórie koordinačných zlúčenín (A. Werner, koniec 19. stor.). Už v prvej polovici 19. storočia fungovali veľké výrobne organických farbív, ktoré si vyžadovali celú radu pomocných činidiel anorganickej chémie ako bola kyselina sírová, kyselina dusičná, amoniak, hydroxidy a iné.

Realizácia niektorých reakcií sa podarila urýchliť použitím katalyzátorov. Homogénna katalýza bola použitá už pri výrobe kyseliny sírovej komorovým spôsobom (1746), kde sa urýchliala oxidácia SO_2 na SO_3 prítomnosťou oxidov dusíka a ich nestálymi zlúčeninami s oxidmi síry. Avšak celý mechanizmus týchto reakcií bol vysvetlený až o sto rokov neskôr. Použiteľnosť heterogénej katalýzy pre tento proces sa objavila okolo roku 1830, ale technologické zvládnutie trvalo 65 rokov. Potom však tento proces úplne ovládla. Začiatok 19. storočia priniesol do chémie elektrochemické procesy. Rozsiahle používanie elektriny ku koncu 19. storočia sa prenieslo aj do chémie. Začali sa pokusy delenia iónových zlúčenín elektrolýzou a pokusy v elektrickom oblúku za vysokých teplôt, elektrotermia.

Druhá polovica 19. storočia priniesla nový konštrukčný materiál, ocel', ktorá sa používala nielen na vojenské účely, ale taktiež na výrobu tlakových reaktorov, čím nahradila dovtedy používané materiály na výrobu chemických reaktorov drevo a keramiku. Prelomové bolo zvládnutie výroby amoniaku za 1. svetovej vojny (Haber-Boschov proces), čo znamenalo nástup vysokotlakových katalytických reaktorov pre plyny.

Nové technológie si vyžadovali neustále sa zväčšujúce kapacity a zvyšovali sa nároky na čistotu chemických produktov. Muselo sa zlepšiť aj technické vybavenie, zvyšovala sa spoľahlivosť chemických procesov. Z pôvodne laboratórnych deliacich metód sa dostali do priemyselného použitia chromatografické metódy a iónomeniče. Rozvíjali sa katalytické reaktory s tuhými katalyzátormi, čím sa odkryli možnosti adsorpcie či desorpcie, ako aj jednotlivých chemických operácií.

Moderná anorganická chémia sa opiera o teórie chemickej väzby (teória molekulových orbitálov, teória ligandového poľa), o fyzikálno-chemické princípy chemických reakcií (chemická termodynamika, kinetika, katalýza), o výkonné experimentálne metódy štúdia štruktúry a zloženia tuhých látok (röntgenová štruktúrna analýza), ako aj o metódy štúdia štruktúry a zloženia častíc v roztokoch (elektrónová spektroskopia, vibračná spektroskopia, jadrová magnetická rezonancia). Ako relatívne samostatné súčasti anorganickej chémie sa v poslednom období vyčlenili koordináčná chémia, chémia anorganických materiálov, chémia organokovových zlúčenín a bioanorganická chémia.

Autori:

Ing. Marek Šnirc, PhD., RNDr. Daniel Bajčan, PhD.

Ing. Pavol Trebichalský, PhD.

Názov:

LABORATÓRNE POSTUPY Z CHÉMIE

Vydavateľ: Slovenská poľnohospodárska univerzita v Nitre

Vydanie: prvé

Náklad: 250 kusov

Rok vydania: 2023

AH – VH: 8,86 – 9,06

Neprešlo redakčnou úpravou vo Vydavateľstve SPU.

ISBN 978-80-552-2651-4