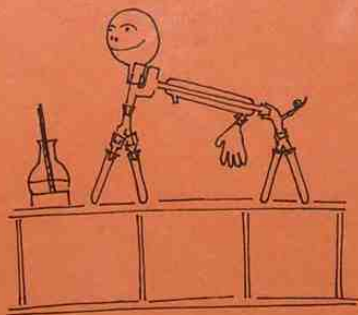




VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE
FAKULTA CHEMICKÉ TECHNOLOGIE

LABORATOŘ ORGANICKÉ CHEMIE

Ing. Alexandra Šilhánková, CSc.
a kolektiv





VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE
FAKULTA CHEMICKÉ TECHNOLOGIE

LABORATOŘ ORGANICKÉ CHEMIE

Ing. Alexandra Šilhánková, CSc.
a kolektiv

PRAHA
2000

Anotace

Skripta *Laboratoř organické chemie* jsou určena pro posluchače 2. ročníku všech fakult a posluchače 3. ročníku FCHT a FTOP VŠCHT. Autoři se na základě zkušeností snažili podat jednotlivé kapitoly tak, aby se posluchači vyvarovali nejčastějších chyb, kterých se začátečníci dopouštějí a zároveň se pokusili zodpovědět předem nejběžnější dotazy. Zlepšující se technické vybavení laboratoří ulehčuje práci a zlepšuje prostředí v organické laboratoři, ale klade také větší nároky na znalosti obsávy. Většina posluchačů poprvé v těchto laboratořích pracuje s hořlavými rozpouštědly a dalšími nebezpečnými látkami. Úvodní kapitola seznamuje posluchače s pravidly bezpečnosti při práci s těmito látkami, dále jsou velmi stručně uvedeny zásady při poskytování první pomoci při úrazu nebo nehodě v laboratoři. Student je seznáměn s vybavením laboratorního stolu, se kterým bude během kurzu pracovat. V kapitole o přístrojovém vybavení jsou uvedeny současně užívané přístroje a zařízení a jejich stručná charakteristika, bez podrobných návodů, které jsou přímo na pracovišti. Práce se zábrusovým nádobím, které je velice drahé, vyžaduje dodržování určitých pravidel, aby při stavbě aparatur nedocházelo k jeho rozbití. Důležitá je i volba vhodné aparatury a její náležitá velikost. Ve skriptech jsou podrobně popsány základní operace jako krystalizace, extrakce, destilace aj., používané v organické laboratoři. Je podán i stručný popis nejjednodušších úkonů prováděných na sklářském kahanu. Samostatná kapitola je věnována vedení laboratorního protokolu. V poslední kapitole jsou krátce uvedeny chromatografické metody, GC a TLC se užívají při zjišťování čistoty připravených organických preparátů, chromatografie na sloupci slouží jako separační metoda. Je třeba, aby se posluchač seznámil s obsahem skript ještě před příchodem do kurzu. Pak by se neměl při práci dopouštět hrubých chyb. Ve skriptech nejsou tenkrát zahrnuty konkrétní laboratorní předpisy sloučenin, které posluchači budou připravovat. Ty jsou započítávány studentům až po nástupu do laboratoří v samostatném vzáku.

Členové autorského kolektivu:

Ing. Milan Bárta, CSc.
 Ing. Radek Cibulka
 Ing. Jiří Fikar, CSc.
 Ing. František Hampel, CSc.
 Ing. Václav Kozmik, CSc.
 Ing. Jaroslav Kvířala, CSc.
 Ing. Pavel Lhoták, CSc.
 Doc. Ing. Igor Linhart, CSc.
 Mgr. Kateřina Sevtíkavá

© Alexandra Šilhánková, 2000

ISBN 80-7080-395-9

Obsah

Předmluva.....	5
1. Bezpečnost práce v laboratoři organické chemie.....	7
1.1 Všeobecné předpisy	7
1.2 Zásady bezpečné práce v chemické laboratoři.....	7
1.3 Práce s chemikáliemi	9
1.4 Manipulace a práce s toxickými látkami.....	9
1.5 Manipulace a práce s žiravinami.....	10
1.6 Manipulace a práce s hořlavinami.....	10
1.7 Ukládání chemikálií.....	11
1.8 Likvidace odpadních chemikálií.....	11
1.9 Ochrana proti požárům.....	11
2. Zásady při poskytování první pomoci.....	13
2.1 První pomoc.....	13
3. Vedení laboratorních protokolů a adjustace preparátů.....	16
3.1 Forma laboratorního protokolu.....	16
3.2 Vzorový laboratorní protokol.....	18
3.3 Uchovávání preparátů a chemikálií.....	21
3.4 Popisování chemikálií.....	21
4. Základní vybavení laboratorního stolu.....	22
4.1 Nezábrusové skleněné vybavení.....	22
4.2 Zábrusové sklo.....	23
4.3 Kovové a další pomocné předměty.....	26
5. Přístrojové vybavení.....	28
5.1 Rotační vakuová odparka.....	28
5.2 Zároje vakuu.....	29
5.3 Topná hřízda.....	30
5.4 Laboratorní magnetické míchačky.....	30
5.5 Plynový chromatograf.....	31
5.6 Bodotávek.....	32
5.7 UV lampa.....	32
5.8 Sušárna.....	33
5.9 Výrobek ledu.....	33
6. Základní operace.....	34
6.1 Sušení.....	34
6.2 Filtrace.....	35
6.3 Krystalizace.....	36
6.4 Stanovení bodu tání.....	37
6.5 Sublimace.....	38
6.6 Extrakce.....	39
6.7 Zahřívání pod zpětným chladičem.....	41
6.8 Destilace.....	44
7. Základy sklářských prací.....	49

8. Chromatografické metody	52
8.1 Identifikace látek pomocí plynové chromatografie	52
8.2 Identifikace látek pomocí chromatografie na tenké vrstvě	52
8.3 Sloupcová chromatografie	54
Seznam doporučené literatury	57



Předmluva

Na Ústavu organické chemie vyšlo postupně několik vydání „Návodů k laboratorním organické chemie“ podle toho, jak se měnila náplň tohoto předmětu a jak se vyvíjelo technické vybavení laboratoří. Skriptu tvořil vždy kolektiv pedagogů, který v těchto laboratorních vyučoval. Také my v této tradici pokračujeme.

V posledních letech byly do modernizace a vybavení laboroří základního studia vloženy nemalé finanční částky a v laboratorích se už pracuje skutečně na úrovni standardní organické laboratoře všude ve světě. Existuje celá řada objemnějších příruček, ve kterých je možné seznámit se s laboratorní technikou obecně používanou v organické laboroří (viz Seznam doporučené literatury). Účelem těchto skriptů je stručně seznámit posluchače se stávajícím vybavením laboroří organické chemie určených pro základní kurzy inženýrského studia na VŠCHT. Dále by měl posluchač pochopit význam základních operací, se kterými se bude během laboratorních cvičení při přípravě několika organických sloučenin potýkat. Tak lze předjet větší či menší bezradnosti, které studenti na začátku laboratorního běhu často podléhají.

V tomto laboratorním kurzu posluchači většinou poprvé pracují s organickými rozpouštědly, jedy a hořavinami. Taková práce vyžaduje dodržování určitých pravidel bezpečnosti, jejichž neznalost nebo ignorance nemůže být v žádném případě tolerována. Ohrožen není jenom samotný pracovník, ale i další osoby v jeho blízkosti jsou vystaveny nebezpečí úrazu.

V těchto skriptech nejsou zahrnuty konkrétní laboratorní předpisy sloučenin, které posluchači budou připravovat. Ty se zapůjčí studentům až po nástupu do laboroří v samostatném svazku.

Student si může práci samostatně zorganizovat a rozvrhnout tak, aby celou skupinu látek během kurzu stihl připravit. Při tom je třeba dbát na návaznosti jednotlivých prací. O různých problémech a nejjasnostech se samozřejmě může posluchač vždycky poradit s asistentem.

Co je již na počátku kurzu na studentech požadováno?

- Při přebírání vybavení laboratorního stolu, které dvojice studentů používá celý turnus, alespoň pasívní znalost názvů jednotlivých kusů chemického nádobí a vybavení.
- Znalost chemického názvosloví a u zadaných prací základní vědomosti o typu reakce a jejím mechanismu.
- Znalost základních stechiometrických výpočtů, výpočtů a přepočtu koncentrací a výpočtu výtěžku.

Jednotlivá zařízení, stavba aparatur a provedení základních operací jsou studentům předvedeny během prvního instruktážního dne kurzu. Další den, před započetím vlastní práce, jsou posluchači písemně nebo ústně přezkoušeni ze základních znalostí bezpečnostních předpisů, poskytování první pomoci a znalosti přípravy látek, které jim byly konkrétně zadány.

Nás dík patří těm studentům 2. ročníku studijního roku 1999 - 2000, kteří rukopis skript přečetli a vyjádřili své připomínky, stejně jako kolegovi Ing. Janu Budkovi, který skripta několika obrázky doplnil a strohý technický text humorem obohatil.

Autoři



1. Bezpečnost práce v laboratoři organické chemie

V prostředí chemické laboratoře hrozí větší nebezpečí úrazu než na jiných pracovištích, protože se zde pracuje s látkami toxickými, dráždivými a hořlavými. Příčinou úrazů v laboratoři bývá neznalost správného zacházení s chemikáliemi, ale také neopatrnost a nepozornost při práci. Porušováním bezpečnostních předpisů pracovník ohrožuje nejen sebe, ale také své spolupracovníky. Každý proto musí znát před vstupem do laboratoře předpisy o bezpečnosti práce. Bezpečnostní předpisy pro práci v chemických laboratořích jsou stanoveny normou ČSN 01 8003 (účinnou od 1.7.1986).

1.1 Všeobecné předpisy

Chemická laboratoř musí být podle normy vybavena vhodným zařízením, instalací a pracovními stoly. Pro odsávání agresivních plynů je nutné dostatečně výkonné odsávací zařízení. Východy z laboratoře musí být volné, aby zajišťovaly bezpečný únik. V každé laboratoři musí být viditelně označený únikový východ. Laboratoř musí být vybavena dostatečným počtem hasičských přístrojů, které jsou umístěny na viditelném a snadno přístupném místě. Dále musí být v laboratoři ochranné pomůcky a prostředky, jako jsou ochranné šaty, brýle, pryzové naluvice apod., a pomůcky a prostředky pro poskytování první pomoci. V laboratoři, kde není nouzové osvětlení, musí být na viditelném místě umístěny funkční přenosné svítilny. Zvenčí musí být laboratoř opatřena výstražnou tabulí a tabulkami s názvy stlačených plynů, které jsou uvolnit místnosti umístěny. V blízkosti laboratoře musí být snadno přístupné hlavaň uzavřeny plynu, vody, elektriny a dalších energetických médií a tyto uzavřevy musí být výrazně označeny. V laboratoři musí být uvedena důležitá telefonní čísla (stanice první pomoci, požárního útvaru, apod.). V laboratoři se nesmí jíst, kouřit, ani skladovat potraviny! Je rovněž zakázáno používat chemické nádobí k jítla a k pití a také k přechovávání potravin. Před odchodem z laboratoře je nutné uvést pracoviště do pořádku a přesvědčit se, zda jsou uzavřeny nebo vypnuty přívody energií (plyn, voda, elektřina).

1.2 Zásady bezpečné práce v chemické laboratoři

Organizační pokyny

V laboratoři je dovoleno provádět pouze práce příkazané nebo povolené nadřízeným pracovníkem. Po celou dobu pobytu v laboratoři je nutné používat ochranný oděv (laboratorní plášť) a ochranné brýle! Před započetím práce v laboratoři je nutné si pečlivě prostudovat obecnou část návodu k laboratořím a seznámit se s vybavením laboratoře. Jednou z podmínek dobré produktivity práce a bezpečnosti při práci je její dobrá organizace, proto je nutné si pozorně a pečlivě před započetím operace se provádějí pouze na aparaturách schválených pedagogickým dozorem. Do laboratoře mají přístup pouze povolané osoby, které zde pracují nebo vykonávají pedagogický dozor. Při odchodu z laboratoře je nutné u postavených aparatur odpojit přívodní hadice do chladičů a přívodní šňůry k topným médiím.

Osobní ochranné pomůcky

Při práci v chemické laboratorii se používají ochranné pomůcky (plášť, brýle, rukavice, štít). Po celou dobu pobytu v laboratorii se používá ochranný oděv (laboratorní plášť) a ochranné brýle. Při práci za sníženého tlaku (destilace za sníženého tlaku, odsávání par z exsikatoru) a dále při všech operacích, kdy může dojít k vystříknutí horkých nebo žíravých chemikálií používáme ochranný štít, popř. ochranné brýle. Ochranné rukavice používáme vždy při práci s alkalickými kovy, při přelévání koncentrovaných kyselin, olea, roztoků hydroxidů, broma, fenolu a dalších dráždivých a zdraví nebezpečných chemikálií.

Pořádek

Podmínkou pro bezpečný chod laboratorii je udržování pořádku na pracovišti (tj. na stolech, v digestořích a v přilehlých prostorech). Je třeba se stolů sklízet vše, s čím se nepracuje. Chemikálie a rozpouštědla se skládají na předem určených místech. Neoznačené chemikálie, rozlitá voda, popř. rozlitý olej na stole nebo na podlaze mohou být příčinou úrazů v laboratorii. Agresivní látky (např. brom, chlorid hlinitý apod.) je třeba uchovávat v digestoři v pečlivě uzavřených nádobách. Při manipulaci s těmito chemikáliemi je nutné používat předepsané ochranné pomůcky (štít, rukavice, apod.).

Aparatury

Seřizování aparatur se provádí se zvýšenou péčí a dbá se na to, aby aparatura byla nejen funkční a stabilní, ale aby splňovala i estetické požadavky. Dále je nutno dbát na sestavení správné aparatury s dokonale utěsněnými zábrusy. Vyvarujte se improvizací, protože tyto mohou vést k neúspěchu, popř. mohou být zdrojem úrazu. *Všechny aparatury před uvedením do chodu musí schválit pedagogický dozor v laboratorii!* Aparatura v chodu nesmí být ponechána bez dozoru! Vakuové destilace a reakce, které mohou mít explozivní charakter (např. oxidace cyklohexanolu kyselinou dusičnou), je nutné mít pod trvalým dohledem. Všechny reakce, při nichž unikají plyny a páry (např. bromace, Friedelova-Craftsova reakce, oxidace kyselinou dusičnou, odpařování vodných roztoků, apod.) a všechny operace s chemikáliemi škodlivými, toxickými nebo dráždivými se musí provádět ve funkční digestoři. Při práci za sníženého tlaku se musí používat pouze nepoškozené laboratorní sklo (před začátkem destilace je nutné používat sklo zkontrolovat) a jen banky s kulatým dnem, popř. srdcového a kapkového tvaru. Nikdy se nesmí používat banky s rovným dnem, Erlenmeyerovy banky, zkumavky a jiné tenkostěnné sklo, které není uzpůsobeno pro práci za sníženého tlaku. U těchto nádob může dojít za sníženého tlaku k implozi (opak exploze, s podobnými účinky). Při destilaci za sníženého tlaku se vždy používá ochranný štít, popř. ochranné brýle.

Způsoby ohřevu reakčních směsí a rizika s tím spojená

Při ohřevu pomocí lázni (vodní, olejová, kovová, písková) se vždy musí měřit teplota lázně vhodným teploměrem. Silikonové lázně používané pro zahřívání nesmí obsahovat vodu (nutno zabránit vniknutí vody do lázni, popř. vniklou vodu odstranit). Vypěnění vody z horké lázně nebo její vystříknutí může být zdrojem popálenin, popř. zahorání. Teplota olejových lázní nesmí při ohřevu překročit 200°C, při překročení této teploty může docházet k rozkladu silikonového oleje, popř. k jeho vznícení. Při použití elektrických přístrojů (elektromagnetické mícháčky, topná elektrická hřízda, apod.) je třeba dbát na to, aby přírodní štěry byly v bezvadném stavu, je zakázáno provádět jakékoliv úpravy nebo manipulace se zapojením elektrických přístrojů.

Práce se sklem a technickými plyny

Při pracích se sklem a skleněnými součástmi aparatur (nasazování hadic na chladíče, teploměry, apod.) je nutno dbát zvýšené opatrnosti a chránit se před poraněním. Veškeré manipulace se provádějí bez násilí, končí tržebk se musí vždy utavit. Před nasazováním gumových hadiček na skleněné součásti je možné spoj potříst glycerolem nebo vodou. Zbytky skla se vylhávají do označených odpadních nádob na sklo.

Při práci s technickými plyny, které jsou sláčený v ocelových lahvách („bombách“), je třeba dbát zvýšené opatrnosti. Lahve chráníme proti nárazu a musí být zajištěny proti pádu železnými kruhy nebo řetízky připojenými k pevně zabudovanému zařízení (digestor, zed). Ocelové tlakové lahve nesmí být umístěny v blízkosti tepelných zdrojů (minimální vzdálenost od hořícího plamene 3 m). V laboratorii smí být pouze tlakové lahve, se kterými se pracuje.

1.3 Práce s chemikáliemi

Při práci s chemikáliemi je nutno dbát (zvláště pokud jde o látky škodlivé zdraví), aby nepřicházely do styku s pokožkou, sliznicemi, dýchacím a zažívacím ústrojem. Podle účinků a podle Zákona o chemických látkách a chemických přípravcích a o změně některých dalších zákonů č. 157/1998 Sb. ze dne 11.6. 1998 se dělí nebezpečné chemické látky na vybušné, oxidující, extrémně hořlavé, vysoce hořlavé, hořlavé, vysoce toxické, toxické, zdraví škodlivé, žíravé, dráždivé, senzibilizující, karcinogenní, mutagenní, toxické pro reprodukci a nebezpečné pro životní prostředí. Při práci v chemické laboratorii se můžete setkat v hlavní míře s používáním látek vysoce hořlavých, hořlavých, toxických, žíravých a zdraví škodlivých.

K odběru prvních látek používáme laboratorní žličky. Kapaliny navazujeme nebo odměňujeme odměrným válecm, plovákovými nebo skleněnými injekčními stříkačkami, popř. pipetami. Při pipetování používáme k nasávání kapaliny pryzkové balonky, různé typy pístových nástavců apod. *Zásadně nenusíme štít!* S dynamými látkami (kyselinou dusičnou, bremem, apod.) a s dráždivými toxickými plyny (chlorom, amoniakem, atd.) se pracuje v dobře větrákové digestoři. V digestoři provádíme i operace, při nichž vznikají volná toxických látek. Toxické plyny a páry odcházely z reakční směsí se zneškodňují vhodnou reakcí. Při práci s bremem a jinými dráždivými a nebezpečnými látkami se používají ochranné štíty a rukavice. Je nutné pracovat tak, aby nedošlo k rozlití bremu a při přikapávání do reakce se musí přikapávací nálevka předem vyzkoušet na těsnost.

Při práci se sodíkem a dalšími velmi reaktivními kovy (litium, draslík) je nutno zabránit styku těchto kovů s vodou nebo se vzdušnou vlhkostí. Sodík se odebrává v suchých, čistých, zřetelně označených pracovních pod petroleem. Krájí se na suchém filtračním papíru suchým nožem za použití rukavic a brýlí. Při krájení může být na stole jen malý kousek sodíku, který se bezprostředně přidá do reakce. Nepoužitý sodík se vrací do zásobní pracovních (do vylejny) a sodíkové zbytky se likvidují za dohledu pedagogického dozoru ethanolom. Při práci s látkami rychle reagujícími s vodou (např. chlorid hlinitý, tetrahydroboritan lithný, apod.) je nutné zabránit styku těchto látek s vodou a vzdušnou vlhkostí. Tyto látky se odebírají v suchých, zřetelně označených pracovních a při manipulaci je nutno dbát na zvýšenou opatnost.

1.4 Manipulace a práce s toxickými látkami

Jako toxické látky se označují sloučeniny, které po vdechnutí, požití nebo proniknutí kůží mohou i v malém množství způsobit akutní nebo chronické poškození zdraví nebo smrt. Toxické látky se musí uchovávat odděleně od ostatních chemikálií, pod dvěma zámky, aby

Zapalné kahany se nesmí nechat hořet bez dozoru a dojde-li k „raskočení“ plamene, okamžitě se musí uzavřít přívod plynu, omezi se přívod vzduchu a kahan se zapálí znovu. Případně závlady na instalaci plynu se musí hlásit bezpečnostním technikovi, místo úniku plynu se zjišťuje pomocí mýdlového nebo jiného pěnívého roztoku. Nikdy se k detekci unikajícího plynu nesmí použít otevřený plamen!

Hašení (likvidace) požáru

Dojde-li v laboratoři k požáru, je třeba nejdříve zhasnout všechny kahany, uzavřít hlavní přívod plynu, odstranit předměty, na které by se mohl ohně rozšířit a zahájit hašení. Hasi se podle rozsahu ohně a podle charakteru hořícího materiálu. Možnosti hašení jsou od stouknutí plamene, popř. udušení menšího plamene přiložením mokrého hadru, až po použití sněhových hasicích přístrojů různých velikostí. Nejdůležitější při vzniku požáru je zachovat klid a rozvatit! Nehasit plameny, ale ohnisko požáru. Není-li možné požár vlastními silami ihned účinně zlikvidovat, je nutné okamžitě volat požární útvar. Každé zahoření a použití hasičského přístroje je nutné hlásit požárnímu technikovi útvaru. Každá laboratoř musí být vybavena odpovídajícím množstvím hasicích přístrojů (obvykle sněhových).

Sněhový hasicí přístroj

Sněhový hasicí přístroj je vhodný k hašení všech požárů v chemické laboratoři, s výjimkou hořících práškových komplexních hydridů. Sněhový hasicí přístroj je ocelová láhev plněná stlačeným oxidem uhličitým. Otočením ventilu nebo stisknutím spouště se oxid uhličitý vypustí do výstřikové trysky a do expanzní proudnice. Prudkým snížením tlaku při expanzi dojde k takovému ochlazení, že vedle plynného oxidu uhličitého vznikají i vločky tuhé oxidu uhličitého - „sněhu“. Tento přístroj po uzavření ventilu přeruší svou činnost, takže je použitelný i vícekrát.



2. Zásady při poskytování první pomoci

První pomoc musí být účelná, rychlá a šetrná. Cílem první pomoci je raněnému pomoci a ne ublížit. Při ošetření postupujeme tak, abychom zbytečně neposílili bolest. Raněného nikdy nenecháváme stát a podle povahy poranění ho uložíme do pohodlné polohy vstřed nebo vleže tak, abychom mu viděli do obličejů. Vždy kontrolujeme stav vědomí, dechu a krevního oběhu.

Při každém poranění pracujeme asepticky, aby se do rány nedostala infekce (z rukou ošetřujícího, z používaných nástrojů, nesterilních obvazů atd.). Na druhou stranu z hlediska vlastní bezpečnosti je nutné při každém styku s krví používat ochranné gumové rukavice.

Co nesmíme dělat při základní první pomoci:

Nikdy nesvětkáme poraněnému šaty, jen jsou-li části oděvu promočeno nebo polité žlavinami. Raněnému nedáváme nic jíst. Pít dáváme jen v případě popálení, je-li vyloučeno vnitřní zranění. Z ran nevytahujeme cizí tělesa, sterilní pinzetou můžeme odstranit jen ta, která na ránu volně leží. Osoby v bezvědomí nesmíme nechat ležet na zádech. Nesnášíme se urychlit dopravu raněného v nevhodné poloze.

Při každém závažnějším stavu provádíme nejprve úkony zachraňující život:

- Zajištění průchodnosti dýchacích cest při bezvědomí - po revizí a případném vyčištění dutiny ústní buď záklonem hlavy nebo uložením poraněného do stabilizované polohy.
- Umělé dýchání (nejčastěji z úst do úst) - nedýchá-li nebo nezačne-li poraněný dýchat po předcházejícím úkonu (neviditelné zvedání hrudky a absence slyšitelného výdechu) - raněného položíme na záda, zakloníme hlavu a zabíjíme 2 rychlými vdechy, pak pokračujeme rychlostí 12 - 16 vdechů za minutu. Dále pravidelně kontrolujeme činnost srdce - puls sledujeme polínutem (nejlépe dvěma prsty - ukazovák a prostředník) na krkavici poraněného.
- Nepřímou srdeční masáž - (příznakem zástavy krevního oběhu jsou nehmátný puls, namodráná nehtá, usních bolíček a špičky nosu) - u dospělého provádíme stlačováním hrudní kosti v její spodní třetině frekvencí 80 - 100 stlačení za minutu. V kombinaci s umělým dýcháním provádí 1 zachránce v poměru 2 vdechy : 15 stlačení, 2 zachránce pak v poměru 1 : 5.
- Zastavení zevního krváčení.
- Protišoková opatření - každé větší poranění je doprovázeno rozkolísáním vnitřního prostředí organismu, šokem. Proto po předchozím ošetření (zástava krváčení, znehybnění zlomenin apod.) zajistíme poraněnému tepelný komfort a uložíme vleže na záda s vyvýšenými dolními končetinami (prokrvení životně důležitých orgánů), uklidňujeme ho a zajistíme přivolání lékaře.

2.1 První pomoc

Zástava krváčení

Pozor! Pracujeme v rukavících!

Drobné oděrky - dezinfikujeme Ajatinem, Septonexem, peroxidem vodíku (3%), přikryjeme sterilním obvazem nebo nápláští s polštářkem.

3. Vedení laboratorních protokolů a adjustace preparátů

Nesmíme důležitou součástí práce organického chemika – syntetika je korektní dokumentace provedených experimentů formou laboratorních protokolů. K čemu slouží protokol o preparaci organické látky?

- Umožňuje zreprodukovat úspěšný pokus, a to i po delší době a kterýmkoliv pracovníkem (pracovníci) s chemickým vzděláním.
 - Umožňuje odhalit příčiny případného neúspěchu.
 - Poskytuje podněty k dalším experimentům.
- Zkuste si vždy položit otázku, zda byste byli schopni podle svého protokolu zreprodukovat popsaný pokus třeba po roce a zda by (toto byla schopna i jiná osoba. *Uvidíme si, že špatný protokol zcela znehodnocuje výsledky vaší experimentální práce!*

3.1 Forma laboratorního protokolu

Laboratorní protokoly se píšou do laboratorního deníku, což je vázaný sešit nebo kniha s číslovanými listy, nejlépe formátu A4. Nikdy nepoužíváme volné listy papíru nebo třací blok! Vpředu nebo vzadu v laboratorním deníku bývá obsah s názvy jednotlivých preparací. Přestože můžeme u různých pracovníků pozorovat nepatrné odchylky ve způsobu vedení laboratorních protokolů, existuje takzvaná univerzální formát pro psaní protokolů o preparacích organických sloučenin, používaný organickými chemiky po celém světě.

Obecné poznámky

Každý protokol začínáme na novém listu. Záznam píšeme perem (inkoustovým nebo kulicovým), nikdy ne obyčejnou tužkou. V protokolu nic nevymazáváme ani nepřetepejeme. Chybný text škrtáme tak, aby původní záznam zůstal i nadále čitelný.

Záhlaví protokolu

Záhlaví protokolu obsahuje pořadové číslo experimentu v laboratorním deníku a název preparátu. Pod názvem preparátu je úplné reakční schéma včetně stechiometrických koeficientů. Pod vzorcí jednotlivých sloučenin ve schématu jsou uvedeny jejich molární hmotnosti. Pokud preparace zahrnuje přípravu činidla, které se bez izolace použije v následujícím reakčním stupni, uveďte se v nápisu název konečné sloučeniny a reakční schémata všech jednotlivých reakčních stupňů. Např. preparace nazvaná 2-Methylbutan-2-ol obsahuje dvě reakční schémata: syntézu ethylmagnesiumbromidu a jeho adici na aceton, včetně hydrolyzy hofmanného alkoholátu. Uvádí se i odkaz na literaturu, podle které se práce provádí.

Navázky

Do protokolu uvádíme *skutečně použité* navázky všech edukátů a činidel a jejich látková množství. Zaznamenáváme též původ, kvalitu, popř. dostupné fyzikálně-chemické charakteristiky *obecně použitých* chemikálií. Každou chemikálii píšeme na nový řádek.

Aparatura

Zaškrtnutím se doporučuje popsat stručně aparaturu použitou k dané preparaci, popř. pořídit její jednoduchý náčrtek.

Záhlaví protokolu, seznam chemikálií použitých k syntéze a případný popis či náčrtek aparatury zaznamenáme do protokolu ještě před započatím vlastní práce.

Pracovní postup

Tuto část protokolu začínáme psát současně se zahájením vlastního experimentu. Nikdy nezapomeneme uvést *datum*, kdy experiment provádíme. Protokol píšeme stručně, avšak výstižně a srozumitelně. Při psaní ponecháváme volný okraj na pravé straně textu pracovního postupu (zhruba 5 cm), kam můžeme i dodatečně učinit poznámku či odkaz.

Zapisujeme pracovní postup a chování reakční směsi (změny teploty, zabarvení, vznik sraženin, vyvíjení plynů apod.). Uvádíme *skutečně pozorované* hodnoty reakční teploty, popř. tlaku a *skutečné* doby míchání, ohřevu, trvání reakce apod. Zaznamenáváme zejména odchylky od předpokládaného průběhu reakce.

Dále do protokolu uvádíme postup a podmínky izolace: objemy extrakčních činidel, hodnoty pH, použítá susdía. U destilací uvádíme hmotnosti frakcí a jejich destilátů (rozmezí u vakových destilací a formátu; počáteční teplota/lak – konečná teplota/lak). U krystalizací uvádíme použitá rozpouštědla a jejich objemy, hmotnosti izolovaných krystalů a jejich bodů tání. Při chromatografických separacích zaznamenáváme množství sorbentu, použítou mobilní fázi a registrujeme průběh chromatografie.

Do protokolu zaznamenáváme i podmínky a výsledky analýz (TLC, GC, elementární analýzy, NMR, MS) použitých ke sledování průběhu reakce a k identifikaci a určení čistoty produktu.

Důležitá upozornění:

- Pracovní postup píše *příběžně a přímo do laboratorního deníku*. Psaní na útržky papíru a dodatečné přepisování do deníku vede velmi často ke ztrátě důležitých údajů. Stejně špatnou praxí je dodatečné psaní protokolů – již po krátké době si budete obtížně vyhledávat některé detaily vašich pozorování, které však mohou mít zásadní význam pro zhodnocení výsledků provedeného experimentu.
- Protokol je důležitý dokument o vaší práci. Proto do něj zapisujte *pravdivě pouze vlastní pozorování*.
- Do protokolu uvádějte přesně i případné havárie a omyly (rozbití baňky s reakční směsí, vyřítí vrstvy s produktem apod.).
- Jelikož se jedná o záznam o provedené práci, píše protokol *vždy v čase minulém*, a to buď *v první osobě čísla jednotného (...prováděl(a) jsem...)* nebo *v třetí osobě (...bylo provedeno...)*.

Výpočty

Součástí protokolu je i výpočet výtěžku reakce. Za základ výpočtu teoretického výtěžku se volí ta látka, která je *vzhledem ke stechiometrii reakce* použita v nejmenším látkovém množství.

Skutečný výtěžek produktu se uveď v procentech teoretického výtěžku hned za jeho hmotností.

Závěr

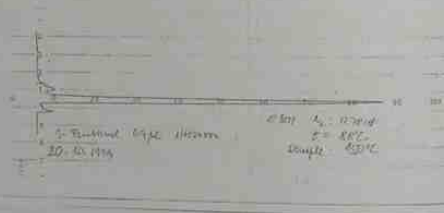
Jednou či dvěma větami se zhodnotí výsledek celého experimentu. Uvádí se výtěžek produktu, jeho čistota a charakteristická data (teplota tání, teplota varu).

Základ	A.P.	Standard	QC
1	40-105°C	9,4g	
2	42-110°C	5,1g	9,4g

$$x = \frac{20,2 + 24,3 + 6,9}{21 \cdot 109,8} = 9,4g$$

$$y = \frac{100 + 5,3 + 8,9}{9,4} = 51,0\%$$

Základ: Základní zpráva 5,3g (51%) 3-propanol v. k. k. 40-110°C, 10,4g 90% (90%) 3-propanol ze standardu, příprava 100% kapalina



Obr. 1. Chromatografický záznam

3.3 Uchovávání preparátů a chemikálií

Uchovávání chemikálií, ať již výchozích látek nebo hotových preparátů, je třeba věnovat náležitou pozornost, neboť špatným uskladněním je možné zcela znehodnotit.

Látky kapalně uchovávané v reagenčních lahvích (mají úzké hrdlo) zábrusových či se šroubovacím uzávěrem. Látky pevně uchovávané v prachovnicích (mají široké hrdlo) zábrusových či se šroubovacím uzávěrem (obr. 9).

V současné době (máme-li možnost výběru), dáváme přednost reagenčním lahvim a prachovnicím se šroubovacím uzávěrem, pokud je těsnění pod víčkem nádoby z chemicky rezistentního materiálu (polyethylen, polypropylen a zejména pak Teflon). K jejich výhodám patří především lepší těsnost a dále skutečnost, že u nich nemůže dojít k „zapčení“ zábrusu.

Malá množství pevných látek adjustujeme do mikrozkrumavek, které uzavřeme pryžovou nebo korkovou zátkou, jejíž konce je obalen polyethylenovou fólií. Malá množství kapalin přechovávané v zatavených skleněných ampulkách. K adjustaci malých množství látek lze rovněž použít některý z celé řady typů malých lahvíček se šroubovacím uzávěrem, tzv. vialék (angl. „vials“).

Důležitá upozornění:

- Je nepřijatelné uchovávat chemikálie v otevřených nádobách (ládky, misky) a v nádobách neoznačených!
- Pro uchovávání preparátů používejte pouze čisté a suché nádoby.
- Pro uchovávání chemikálií a preparátů vždy volte nádobu přiměřeného objemu.
- Nádobu před adjustací preparátu zvažte včetně zátky (tára) a opatřete štítkem, na kterém budou uvedeny všechny nezbytné údaje (viz dále).

3.4 Popisování chemikálií

Údaje o uchovávané chemikálii se nacházejí na štítku nalepeném na příslušné nádobě. Tyto údaje musí být úplné, čitelné a trvanlivé. K popisu je nevhodnější psací stroj s karbonovou páskou nebo laserová tiskárna, tuš nebo měkká tužka (zde pak musíme štítek navíc přelepít průhlednou lepicí páskou, např. isolepou). Méně vhodné, avšak stále ještě přijatelné je popisování štítků perem (inkoustovým nebo kuličkovým). Zcela nevhodné je popisování chemikálií jakýmkoli typem popisovačů (fixů), neboť nápis se velmi snadno smyje organickými rozpouštědly.

Na štítku (obr. 2) musí být tyto údaje:

- Název odpovídající pravidlům názvosloví.
- Skutečně zjištěné fyzikálně-chemické charakteristiky látky (bod tání či bod varu); tyto údaje musí odpovídat údajům uvedeným v protokolu.
- Údaje o čistotě, jsou-li známy (např. čistota podle GC).
- Datum adjustace.
- Jméno pracovníka, který látku připravil.
- Číslo stolu.

Štítek č. 8	J. Novák
2-Methylbutan-2-ol b. v. 101-108 °C čistota 92% (GC)	
Ta: 103,5 g	22.4.1999

Obr. 2. Vzorový štítek

4. Základní vybavení laboratorního stolu

Nejčastěji užívané vybavení nezbytné pro provádění experimentů v organické chemii mají posluchači umístěno ve svém laboratorním stole. Toto vybavení je vždy společné pro pracovní skupinu sestávající ze dvou posluchačů, kteří na začátku laboratorní pracovní stoly přebírají a za vybavení pak nesou společnou hmotnou zodpovědnost. Využití prostoru v rámci laboratorního stolu se liší podle jednotlivých laboratorů.

Vybavení pracovního stolu lze rozdělit zhruba do čtyř skupin:

- Skleněné vybavení bez zábrusů.
- Zábrusové sklo, které tvoří nerozšálnejší součást vybavení.
- Další pomocné předměty z kovu, porcelánu, korku a pláště.
- Elektrické přístroje (podrobnosti viz. kap. 5).

4.1 Nezábrusové skleněné vybavení

Nezábrusové sklo (obr. 3) se většinou využívá k pomocným operacím jako je příprava roztoků apod. Patří sem kádinky, které by však neměly být využívány k manipulaci s tekutinami organickými rozpouštědly. Stejně tak by neměly být využívány k odměřování kapalin vzhledem k tomu, že měřičko uvedené na kádinkách je pouze orientační. Vhodnější pro krátkodobé práce s organickými rozpouštědly jsou Erlenmeyerovy (kuželové) baňky, u kterých vzhledem k užšímu hrdlu nedochází k tékání par rozpouštědel v tak vysoké míře jako u kádinek. Erlenmeyerovy baňky jsou vhodné pro odměřování kapalin ze stejného důvodu jako kádinky. Pro odměřování kapalin se využívají odměrné válce o objemech 25 až 1000 ml. Aby nedocházelo ke zbytečnému potřísnění zábrusů u baněk a ke ztrátám vyfílením, je nezbytné pro nalévání kapalin využívat nálevky, které by pro účely organické chemie měly mít pokud možno krátký a široký stonk.

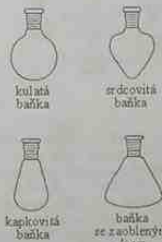


Obr. 3. Nezábrusové sklo

Nálevky jsou využívány k filtraci za horka při čištění látek krystalizací a v případě, že mají dlouhý stonk, dochází na něm často k vylučování krystalů a tím i ke ztrátám produktu. Průměr stonku by však neměl přesáhnout 11 mm, aby stonk prošel zábrusem NZ 14. Nálevky s fritou (někdy též označované jako frity) slouží k oddělení pevných látek od kapalin filtrací urychlovanou aplikací vakuu. Frity mají vyznačenou porozitu. Porozity S2 a S3 jsou nejužívanější a uplatňují se u běžných filtrací. Nálevky s fritou se využívají ve spojení se silnostěnnými odsávacími baňkami nebo filtračním nastávkem a během zábrusovou baňkou s obilným dnem. Nezábrusová sušicí roučka se připojuje k destilacím předložce (alondži) v případě, že destilát je citlivý na vlhkost nebo je požadován suchý produkt. Pro měření teplot se běžně používají ručové teploměry obalové nebo větší technické. Při práci s nimi je třeba dbát zvláštní opatrnosti vzhledem k riziku kontaminace prostředí laboratorně ruti v případě rozbití. Širokohrdlé štroubovací nádoby („RD“) se využívají jako vzorkovnice pro pevné látky. Pro drobné testy a manipulace s kapalnými a pevnými látkami slouží zkumavky a hodinová skla. Hadicové spojky umožňují spojení hadic o rozdílném průměru nebo nedostatečné délce. Pro izolaci látek pomocí sloupcové chromatografie se používají nezábrusové kolony opatřené fritou a kohoutem.

4.2 Zábrusové sklo

Převážná většina operací, ať se jedná o reakce nebo zábrusové reakční směsi, je dnes prováděna pomocí skleněného vybavení opatřeného normalizovanými zábrusy. Zábrusy kulové jsou poměrně vzácné a lze se s nimi setkat u vakových odparek. Podobné řidky jsou zábrusy ploché, které je možno nalézt u exsikatorů. Nejběžnější jsou zábrusy kuželové. U nás jsou běžně používány pouze dva základní typy zábrusů, a to zábrus NZ 14/23 (někdy též označovaný jako NZ 14) a zábrus NZ 29/32 (nebo jen NZ 29), kde první číslo označuje průměr zábrusu v nejužší části a číslo druhé výšku zábrusu. Tyto zábrusy jsou kompatibilní se zábrusy zahraničními, i když někdy dochází k odchylkám v délce zábrusu. Zábrusy je třeba mírně mazat vhodným tukem (např. Parafinovým tukem) tak, aby nedošlo k jejich zapčení. Zábrusy NZ 29 jsou vhodné pro práci v měřičku 50 až 4000 ml. Zábrusové skleněné vybavení se používá ke dvěma základním účelům: k provádění reakcí a k izolaci připravených sloučenin.

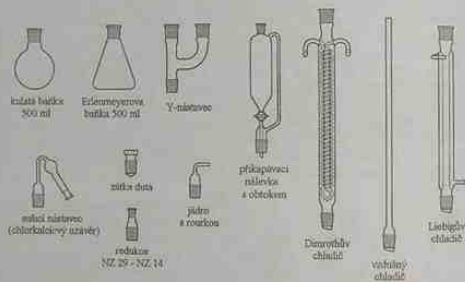


Obr. 4. Zábrusové baňky

Základním a nejdůležitějším kusem zábrusového skla, ve kterém se provádí drtivá většina reakcí, jsou baňky, které bývají u zábrusů NZ 29 až na výjimky kulovitého tvaru („kulaté“). Pro krátkodobé uložení sloučenin, např. při sušení roztoků anorganickými sušidly, jsou vhodné baňky Erlenmeyerovy (kuželové). Baňky se zábrusy NZ 14 mají různé tvary (obr. 4). Baňky kulaté jsou univerzální, baňky kapkovité (slzovité) jsou zejména vhodné jako reakční baňky a baňky srdcovité slouží nejlépe jako jímadla, kdy je možné i malé množství produktu vyjmout pomocí Pasteurovy pipety s malými ztrátami. Jako reakční baňky jsou vhodné i baňky se zaobleným dnem (Apollo), jejich výhodou je stabilita na rovném podloží.

Při provádění experimentů se často reakční směs zahřívá k varu; rozpouštědla, vzniklé páry je třeba vhodným způsobem chladit a vracet zpět do reakční směsi. K tomu slouží zpětné chladiče. Pro rozpouštědla s teplotou varu nad 130 °C jsou použitelné jednoduché vzdušné

chladiče, pro rozpouštědla s teplotou varu ca 50 až 130 °C je již nezbytné použít chladiče s vodním chlazením, i když v tomto případě postačují méně účinné chladiče Liebigovy. Jejich výhodou je nižší cena, dobře se též umývají. Pro nízkovroucí rozpouštědla, jako je diethylether, je nezbytné využívat účinnějších Dimrothových chladičů, jejichž cena je však vyšší. Pro spojení banky s dalšími částmi aparatury, dále pro přidávání a odběr látek z banky slouží nejružnější nástavce. Pro umožnění více vstupů do jednohrdlé banky slouží Y-nástavec. Pro spojení různých typů zábrusů se používá redukce. Postupně přidávání kapalných látek se často provádí pomocí přikapávací nálevky. Odvod plynů z aparatury hadičkou se provádí prostřednictvím jádra s rourkou. Jádro s přímou rourkou může také sloužit k připojení varné kapiláry. K uzavření baněk slouží zátky. U reakcí, při nichž se často pracuje s vyššími teplotami, je třeba dát jednoznačně přednost zátkám skleněným před plastickými, ať už se jedná o skleněné zátky duté foukané nebo plně lisované. V žádném případě by k uzavírání baněk neměly být používány nenormalizované zábrusové zátky a zátky pryžové nebo korkové. U reakcí citlivých na vlhkost je třeba zabránit přístupu vzdušné vlhkosti pomocí zábrusového sulciho nástavce, který se nejčastěji činí granulovaným bezvodým chloridem vápenatým. Proto se sušící nástavec často nazývá chloralkaliová rourka. Pro měření teplot v reakční hačce nebo v sestupném chladiči slouží teploměr se zábrusem NZ 14. Skleněné nádoby se zábrusy je shrnuto na obr. 5.



Obr. 5. Zábrusové sklo

Jednou z nejužívanějších izolačních metod je destilace, při níž se využívá vhodných sestupných chladičů. Sestupný chladič s přítavným Y-kusem, který snižuje riziko přeběhnutí destilované směsi a umožňuje připojení teploměru, resp. silnostěnné kapiláry při vakuové destilaci, se nazývá Claisenův chladič. Spojení mezi chladičem a jímadlem je zprostředkováno destilační předložkou (alónží). Pokud je sloučenina, již je třeba izolovat je složité směsí, málo stabilní při vyšších teplotách a těká s vodní parou, je vhodné pro izolaci využít destilace s vodní parou. Destilace s vodní parou se provádí prostřednictvím nástavce pro destilaci s vodní parou spolu s vhodnými delším Liebigovým chladičem a destilační předložkou. Trubičky pro zavádění vodní páry může být spojena s nástavcem pro destilaci s vodní parou pomocí jednoduché pryžové přečlepné hadičky. Modernější, pohodlnější a

trvanlivější je uchycení pomocí závitů GL 18 přítavného k nástavci. Zařízení pro destilace jsou znázorněna na obr. 6.



Obr. 6. Skleněné vybavení pro destilace

Při frakční destilaci ve vakuu není možné volně vyměňovat jímadla, a proto se zde využívá vícenásobné destilační předložky (prasátka). Pro destilaci malých kvant je třeba využít sestupné chladiče s co nejkratší cestou par i kondenzátu a tedy nejmenšími ztrátami. K tomu slouží kompaktní mikrochladič nebo lincový nástavec, který může být opatřen postranním tubusem pro odvod destilátů (obr. 7).



Obr. 7. Skleněné vybavení se zábrusy NZ 14 pro destilaci malých množství

Při filtracích suspenzí o malém objemu mohou být ztráty při použití klasické odsávací banky příliš velké. V vakových případech je výhodnější provádět filtraci přes nálevku s fritou (někdy nazývané přímo fritu) do vhodné banky opatřené nástavcem pro filtraci. Ještě menší ztráty přináší použití filtračního nástavce s přítavnou fritou (obr. 8).

Některé skleněné kusy nebývají opatřeny pouze zábrusy výše uvedených dvou nenormalizovaných velikostí (NZ 29, NZ 14), ale využívají i jiných normalizovaných zábrusů nebo dokonce zábrusů nenormalizovaných. Do první skupiny patří dělicí nálevky, které jsou opatřeny



Obr. 8. Filtrační nástavce

podle velikosti hrdly s normalizovanými zábrusy všech typů (NZ 14, NZ 19, NZ 24, NZ 29 atd.), do skupiny druhé pak lahve používané pro skladování produktů. Pevné produkty jsou ukládány do zábrusových lahví se širokými hrdly, tzv. prachovnic, kapaliny do zábrusových lahví s úzkými hrdly, nazývanými reagenčními lahvě. Tyto skleněné kusy jsou znázorněny na obr. 9. Zábrusové kohouty vyráběné firmou *Kavaller Sázava*, kterými jsou opatřeny chromatografické kolony (obr. 3), dělicí a příkarpávkové nálevky, nejsou normalizované. Proto



Obr. 9. Sklo s normalizovanými nebo méně běžnými zábrusy

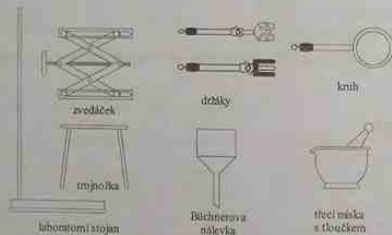
je třeba dbát na to, aby nedocházelo ke smíchání různých typů pláští a jader kohoutů zvláště při mytí a sušení zábrusového skla. Často tak bývá znehodnoceno skleněné nádobí poměrně vysoké ceny. Doladění netěsnících kohoutů pomocí zábrusování brusným práškem často nepřináší dostatečně dobré výsledky.

Zábrusové sklo ve vybavení laboratorních stolů v organických laboratořích představuje většinou pouze základní nezbytné vybavení pro provádění reakcí a izolaci produktů. Ve specializovaných laboratořích je možné se setkat se širokým spektrem nejrůznějších skleněných kusů nejrůznější složitosti a účelu. Zájemci o širší informace týkající se takového vybavení se mohou obrátit na příručku laboratorní techniky organické chemie pro pokročilé [1-7].

4.3. Kovové a další pomocné předměty

Vedle skleněného vybavení jsou pro běžné práce v organické laboratoři nezbytné další předměty, které umožňují provádění chemických reakcí a zpracování reakční směsi (obr. 10).

Skleněné vybavení je třeba vhodným způsobem uchytit do kovového stojanu nebo vhodné kovové mřížky. K tomu se používají kovové šroubovací držáky, které jsou se stojanem nebo mříží spojeny pomocí šroubovacích svorek. Největší typ držáku je určen pro uchycení chladičů. Držáky s oběma čelistmi jsou určeny pro uchycení skleněných kusů se zábrusy.



Obr. 10. Kovové a další pomocné předměty

NZ 29. Dva menší typy držáků s hranatými čelistmi jsou určeny pro uchycení skleněných kusů se zábrusy NZ 19 a NZ 14. Častou chybou je používání držáku pro zábrusy NZ 19 pro uchycení zábrusů NZ 14. Nálevky a dělicí nálevky je možné uložit do železných kruhů. Tyto kruhy jsou však nevhodné jako podložky pro reakční baňky. Železné misky se používají pro přežití anorganických suspenzí před použitím. Kovové kleště umožňují manipulaci s těmito miskami nebo jinými horkými předměty. Šroubovací zvedáčky slouží jako podložky pod reakční baňky nebo jímadla. Jejich výhodou je možnost regulace výšky podložky. Kahany se ve spojení s trojnožkou využívají jako intenzivní zdroj tepla pro žhání, vyvíjení vodní páry nebo zahřívání lázní. Destilace za vysokých teplot je možné provádět pomocí kahanů, ale mezi zdroj tepla a baňku je třeba vložit asbestovou nebo keramickou síťku.

V omezené míře jsou pro práci v organické laboratoři využívány předměty z porcelánu. Izolace krystalů od matečných loubů se často provádí pomocí Büchnerovy nálevky. K zahusťování vodných roztoků slouží tenkostěnné odpařovací misky. Silnostěnné třecí misky s tloučkem slouží k rozemínání hrubých anorganických nebo organických látek na jemno.

Korkové kruhy se používají jako jednoduchá podložka pod kulaté baňky. Plastové lžičky slouží k manipulaci s pevnými látkami, nesnášejí však vyšší teploty. Vedle uvedeného vybavení se často využívají v laboratoři další kovové předměty jako jsou pinzety, špacítle apod., které tvoří součást osobní výbavy studenta.



5. Přístrojové vybavení

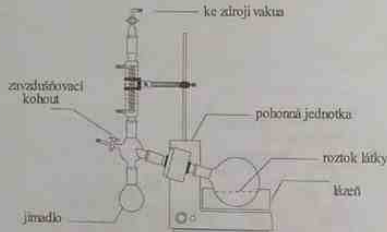
Podrobné návody k jednotlivým přístrojům a zařízením a pracovní pokyny jsou v každé laboratoři. Účelem této kapitoly je seznámit s obecnějšími informacemi, které by měly být posluchačům známy již před příchodem do laboratoře.

Jakákoliv závady na dále popsaných zařízeních, jejich poškození nebo nefunkčnost je třeba okamžitě hlásit asistentovi.

5.1 Rotační vakuová odparka

Rotační vakuová odparka (obr. 11) je zařízení, kterým lze velmi rychle a účinně odstranit rozpouštědlo z roztoků pevných nebo kapalných látek. Rotační vakuovou odparku lze rovněž použít k odpařování rozpouštědel z roztoků kapalin, musíme si však být jisti tím, že látka, kterou chceme izolovat, má při tlaku 10 - 20 Torr (1,3 - 2,7 kPa) bod varu minimálně o 50 °C vyšší než je teplota, kterou budeme mít v lázni odparky.

Každá rotační vakuová odparka se skládá z pohonné jednotky, která otáčí skleněnou trubkou opatřenou na konci zábrusem (nejčastěji NZ 29). Na tento konec se masazuje baňka se zahřívavým roztokem. Baňka musí mít vypouklé dno (jedná se o vakuovou aparaturu) a smí být naplněna maximálně do poloviny. Druhý konec trubky ústí do chladicí, ve kterém kondenzují páry rozpouštědla. Celý vnitřní prostor odparky je evakuován. Chladicí odparky je opatřen kohoutem sloužícím k zavzdušnění aparatury.



Obr. 11. Rotační vakuová odparka

Rozpouštědlo se odpařuje především z filmu kapaliny ulpělého na stěně baňky; tento film se při rotaci baňky neustále obnovuje. Rotaci dochází rovněž k promíchávání obsahu baňky, což zabraňuje vzniku utajeného varu. Páry rozpouštědla kondenzují v chladicí odparky a stékají do jírnadla. Látka, kterou izolujeme, zůstává v baňce.

Při spuštění odparky i ukončení práce je bezpodmínečně nutné dodržovat pořadí jednotlivých kroků, jak jsou popsány na návodech k obsluze. Mimořádnou pozornost a

opatrnost je třeba zachovávat v případech, mají-li dvě odparky společný zdroj vakua (membránovou pumpu).

5.2 Zdroje vakua

Tradičním zdrojem vakua v laboratoři je vodní vývěva. Voda v ní proudí velkou rychlostí tryskou a odsává tak vzduch z okolí. Vodní vývěvou lze dosáhnout tlaků 1,3 - 2,7 kPa (10 - 20 Torr) a průtoky odsávaného vzduchu do 1 m³/h. Její nevýhodou je velká spotřeba vody (asi 340 l/h). Další nevýhodou je, že páry těkavých rozpouštědel snadno znečišťují vodu tekoucí vývěvou a dostávají se tak do odpadních vod a do atmosféry. Pokud je vývěva napojena přímo na vodovodní kohoutek, je zařízením nevhodným a nešetným k životnímu prostředí. Proto je v laboratoři nepoužitelné. Přijatelným řešením je napojení soustavy 3 - 4 vodních vývěv na vodokružné čerpadlo. Proud vody je v něm hnan elektrickým čerpadlem z nádrže do vývěv a odtud zpět. Malé množství vodovodní vody je používáno pouze na chlazení systému.

Naše posluchačské laboratoře jsou kromě vodokružných čerpadel vybaveny také membránovými pumpami. Velkokapacitní membránová pumpa s maximálním průtokem čerpaného vzduchu 10 m³/h slouží jako centrální zdroj vakua, které je rozvedeno k jednotlivým pracovním stolům. Přívod vakua se otevírá a zavírá na jednotlivých stolech pomocí kohoutu. Tento zdroj je určen k odsávání krystalů na Büchnerově nálevce nebo na fritě. Velkokapacitní membránová pumpa má minimální tlak (maximální dosažitelné vakuum) asi 8 kPa (60 Torr), což pro účely destilace, sublimace nebo sušení za vakua nestačuje. K těmto účelům jsou určeny membránové pumpy typu MZ2C, kterými lze dosáhnout vakua až 1 kPa (7,5 Torr) a průtoky čerpaného vzduchu 2 m³/h. Před zapnutím této pumpy je nutno pustit vodu do chladicí zařízeného na jejím výstupu. Páry těkavých kapalin, které byly odsávy za vakua, zde rcondenzují za atmosférického tlaku a neznečišťují prostředí. Po ukončení práce je třeba čerpadlo několik minut prosvětovat vzduchem, tj. nechat ho v chodu po odpojení hadic sání od aparatury.

Měření vakua

Tradiční způsob měření vakua rtuťovými manometry (obr. 12) je v současné době již opuštěn. V posluchačských laboratořích se k měření vakua používají analogové digitální manometry pracující na kapacitním principu (obr. 12). Naměřená hodnota se přímo odečítá na obrazovce z kapalných krystalů. Při měření je nutno dbát, aby židlo nebylo kontaminováno kapalinou (kondenzát) z aparatury nebo spojovacích hadic.



Obr. 12. Rtuťový a digitální manometr

Měřilo se zapíná hlavním vypínačem umístěným na zadní straně panelu; po určité době se samočinně vypne. Před měřením je třeba zkontrolovat, zda není manometr oddělen od aparatury zábrusovým kohoutem.

5.3. Topná hnízda

Laboratorní elektrická topná hnízda LTH (obr. 13) se používají k přímému ohřevu reakčních směsí v kulatých bankách NZ 29 a jsou opatřena plynulou regulací teploty. Na hnízdech je vždy uvedeno, jaké velikosti banky hnízdo odpovídá (50 ml, 100 ml, 250 ml atd.). Banka se do hnízda ustruže tak, že se dotýká výpne ze skleněné tlaminy, na laboratorním stojanu je přichycena držákem. V malých hnízdech lze zahřívat i některé banky NZ 14; je však třeba, aby kontakt povrchu byl dostatečný. Toto použít je třeba zkontrolovat s asistentem. Hnízda jsou několikařehového typu, s jediným nebo dvěma oddělenými ohřevnými okruhy. V laboratorních předpisech je vždy uvedena *přibližná hodnota*, na kterou má být regulátor teploty nastaven. Na začátku zahřívání je tedy vhodné volit spíše nižší stupeň ohřevu, několik minut vyčkat a teprve poté přidávat. Protože obsah banky se při tomto způsobu ohřevu nemění, musíme počítat, že trvá relativně dlouho (záleží na obsahu banky), než dojde k prohřátí celého obsahu banky a reakční směs začne vřít. Na topných hnízdech může být zahřívána pouze *banka, na které je navenek chladič*, zpětný nebo sestupný! Jinak by mohlo dojít k překypění kapaliny a vytečení do hnízda, event. ke vznícení umikajících hořlavých par rozpouštědla. Na hnízdech se nesmějí zahřívat kovové nádoby. Pokud dojde k přikvnutí banky a výfuk obvala do topného hnízda nebo polní hnízda jakoukoliv kapalinou, je třeba okamžitě odpojit hnízdo od síťového napájení v blízkosti zásuvky. Nestčí vypnout termostatem.



Obr. 13: Laboratorní topné hnízdo

5.4. Laboratorní magnetické míchačky

Laboratorní míchačky lka (obr. 14) různých typů slouží k míchání, ohřevu nebo k míchání a současně ohřevu reakčních směsí. Pohob teplem potuženého magnetického míchadla v baňce zajišťuje elektromotor a otočící zabudovaný permanentním magnetem.

Po stranách tělesa míchačky jsou vypínače topení a magnetického míchání, na přední straně jsou regulační otočné ovladače, kterými lze plynule nastavovat teplotu a rychlost otáčení magnetického míchadla. Intenzita míchání závisí na frekvenci otáček magnetického míchadla, jeho velikosti, na množství a hustotě míchaného roztoku. K řízení teploty ohřevné desky je možno zapojit kontaktní teploměr (zásuvka 109y je na zadní straně míchačky).



Obr. 14: Laboratorní míchačka lka

Po sestavení aparatury zvolíme teplotu, na kterou bude lázeň zahřívána. Zapnutí vypínače topení se zapojí i dišlo s termočlánkem. Poté, co se objeví na displeji výchozí nastavení, je možné pomocí tlačítek plus a minus zvolit žádanou teplotu lázně a levoým otočným ovladačem spustit vlastní zahřívání plotyňky (změna barvy kontrolky zahřívání). Stupnice u regulátoru teploty je jen orientační, udává teplotu ohřevné desky. Záleží samozřejmě na tom, jak dokonale je styk zahřívávané banky nebo lázně s deskou. Obvykle volíme teplotu plotyňky asi o 50°C vyšší než je žádaná teplota lázně.

Pokud není kontaktní teploměr připojen, musí být v zásuvce na zadní straně míchačky zasunutá kontaktní zástrčka, která je pevně připojena k tělesu míchačky; jinak se deska neohřívá.

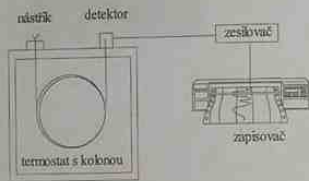
Pozor! Před zapnutím ohřevu se přesvědčte, že se žádná nedotýká výfukové plotyňky. Při používání míchačky je třeba počítat s přítomností magnetického pole (kardiotomilátoru nosiče dui). Teflonové magnetické míchadlo je vhodné po skončení míchání z reakční směsí vyřadit pomocí magnetické rčky, aby nedošlo k jeho ztrátě během dalšího zpracování reakční směsi; případně k rozbití skleněného nádobí při přelévání roztoku.

5.5. Plynový chromatograf

Plynový chromatograf (obr. 15) slouží k dělení směsí těžkých organických látek. Pracuje na principu rozdělovací nebo adsorpční chromatografie. V postučáckých laboratořích používáme výhradně rozdělovací plynově-kapalinovou chromatografii (GLC). Při ní se analyzovaná látka – analyt – rozděluje mezi stacionární a mobilní fázi. Míru tohoto rozdělení je rozdělovací koeficient. Stacionární fázi je v plynové chromatografii zpravidla (i když ne výhradně) vrstvička kapaliny zakotvená na velkém povrchu inertního nosiče, který je nasypan do kovové nebo skleněné kolony. Kolona je umístěna v termostatu. Mobilní fáze je proud nosného plynu, dusíku. Vzorek (0,5 – 2 μ l) namátno na kolonu nastříknutím z uplyňovací kontakty vyhrábé nad teplotu bodu varu nastříknuté kapaliny. Zplyněný vzorek je umístěn prouděním nosného plynu kolonou k detektoru. Na kolone dochází k dělení látek tak, že látky vstupující kolonou k detektoru tím rychleji, čím menší je jejich afinita k zakotvené fázi a naopak, čím větší je k fázi mobilní. V detektoru se látka spaluje ve vodivovém plamínku umístěném mezi dvě elektrody. Procházející detektorem hořlavá látka, shoří v něm, spaliny způsobí změnu vodivosti plamínku a vzniklý signál se po zesílení přenáší do zapisovací a integrační. Jednotlivé oddělené látky tvoří pak na výstupu chromatografické sluy (trky).

jejichž plocha je přibližně úměrná obsahu dané složky v nastříkané směsi. Tímto detektorem se detekují látky, jejichž spaliny nebo páry mění elektrickou vodivost vodíkového plamínku. To platí prakticky pro všechny organické látky. Voda se při tomto způsobu detekce (plamenově-ionizační) neprojevuje, neboť je již přítomna v obrovském přebytku ve spalninách vodíkového plamínku.

V podučačských laboratorních kurzu organické chemie I a II analyzujeme pomocí plynové chromatografie pouze ty kapalné látky, které mají bod varu za atmosférického tlaku do 220 °C. *Nastavení podmínek analýzy provádějí výhradně asistenti.*



Obr. 15. Schema plynové chromatografu

5.6 Bodotávek

Slouží ke stanovení bodu tání organických sloučenin. Pro každou organickou látku je bod tání charakteristickou veličinou a je kritériem její čistoty. V laboratorních se v současné době používají tzv. Koflerovy bloky, na kterých můžeme sledovat body tání látek v rozmezí cca 40 - 350 °C. Změny, které se s látkou v závislosti na teplotě dějí, se pozorují v zorném poli mikroskopu (stanovení bodu tání viz kapitola 6.4).

Bodotávek sestává z mikroskopu s ohřevným stolečkem, na který se pokládá vzorek látky umístěný mezi dvěma sklíčky. Celý výhřevný stoleček je při stanovení bodu tání překryt skleněným krytem. Na levé straně zorného pole mikroskopu se promítá část stupnice teploměru, posuvný výřez stupnice se ručně ovládá. Na teploměru odečítáme teplotu tání dané látky. Na horní stupnici posuvného roostu se nastaví přibližná hodnota (údaj z laboratorního předpisu, údaj z literatury), při které má látka tát. Tím docílíme, že v daném teplotním rozmezí bude teplota výhřevného stolečku stoupat asi o 3 - 4 °C/min., což stačí k prolátní sklíček, mezi kterými je pozorovaná látka.

U jiného typu bodotávku (např. Electrothermal) s vizuálním stanovením bodu tání se vzorek ve skleněné kapiláře vkládá do vyhřívávaného kovového bloku. Průběh tání se pozoruje ve zvětšeném v osvětleném přízoru do bloku. Počátek a konec tání látky se zaznamená stisknutím příslušného tlačítka na bodotávku. Záznam intervalu teploty tání se po skončení měření zobrazí na displeji.

5.7 UV lampa

Slouží k detekci organických látek při analýze chromatografií na tenké vrstvě, kde stacionární fáze na desce obsahuje fluorescenční indikátor. Lampa má dvě trubice se

větším vlnové délky 254 nm a 365 nm, které se zapínají odděleně. Dvěma vypínači a je umístěna v krytu. Analyzované látky, které absorbují v příslušné oblasti, brání průchodu UV záření k fluorescenčnímu indikátoru a zhasí fluorescenci. Na desce se projeví jako tmavší nefluoreskující skvrny.

5.8 Sušárna

Sušárna slouží k vysoušení vodou umytého skleněného chemického nádobí. Do sušárny nepatří *žádné hořlavé nebo explozivní látky*. Dno sušárny musí zůstat volné.

Nastavení sušárny na nejvhodnější parametry provádějí obvykle laborant a sušárna je zapojena v denním režimu, pokud není uvedeno v konkrétním případě jinak. Studenti nemají dovoleno s nastavením manipulovat.

5.9 Výrobník ledu

Obsluhu, zapínání a vypínání výrobníku ledu provádějí laborant. Led je určen do chladících lázní nebo k přímému chlazení reakčních směsí, podle toho jak je uvedeno v laboratorních předpisech. K nabírání ledu používejte určené nádoby, led není vhodný ke konzumaci.



6. Základní operace

6.1 Sušení

Sušení je proces, kterým se z plynných, kapalných nebo pevných látek odstraňuje voda. Z hlediska organického chemika je sušení významnou operací, neboť na ni mnohdy závisí úspěšný průběh chemické reakce nebo izolace reakčního produktu. Při volbě způsobu sušení musíme brát v úvahu skupenství sušené látky, množství vody, které obsahuje a požadovaný stupeň vysušení. K sušení využíváme buď běžných fyzikálních pochodů (jako např. odpařování, destilaci, vymrazování) nebo je provádíme pomocí sušidel.

Sušidla hodnotíme podle jejich sušicí účinnosti (to znamená jaký stupeň vysušení lze při jejich použití dosáhnout) a sušicí kapacity (j. množství vlhkosti, které může sušidlo vázat). Pro sušení plynů a kapalin je důležité, aby použité sušidlo bylo vůči nim inertní, neboť s ním přicházejí, na rozdíl od sušení pevných látek, do přímého styku. Z hlediska způsobu, jakým vážou vodu, můžeme sušidla rozdělit do tří skupin:

- Sušidla tvořící hydráty (bezvodé sůry, CaCl_2 , K_2CO_3 , ale i KOH a konc. kys. sírová),
- Sušidla chemicky reagující s vodou (P_2O_5 , Na),
- Sušidla pouštějící vodu absorpci (silikagel, oxid hlinitý, molekulární síta).

V základním kurzu laboratorní organické chemie je způsob sušení u jednotlivých praci uveden, a tak starost s volbou a způsobem sušení odpadá.

Nejčastěji používaná sušidla (MgSO_4 , CaCl_2 , K_2CO_3) se připravují žháním kahanem na železné mísce v tenké vrstvě cca 30 minut za občasného promíchání skleněnou tyčinkou v digestoři. Po zchladnutí sušidla na 30 - 40 °C je přesypeme do dobře těsnící prachovnice. Pak je sušidlo připraveno k použití.

Sušení pevných látek

Sušení pevných látek je založeno na odpařování vlhkosti do okolního prostředí. Nejběžnější způsob je rozprostření vlhké látky na filtračním papíru nebo na porcelánové mísce či lodinovém skle a sušení za laboratorní nebo zvýšené teploty. Při sušení v sušárně udržujeme teplotu cca o 10 - 20 °C nižší než je teplota tání sušené substance. *V základním kurzu nepřichází použití sušárny k tomuto účelu v úvahu!*

Látky citlivé na teplotu a vzdušnou vlhkost sušíme v exsikatoru, a to buď za normálního tlaku nebo ve vakuu. Na dno exsikatoru dáme na Petriho misku sušidlo a do horního odděleného prostoru vložíme na míse rozprostřenou sušenou látku.

Je třeba si uvědomit, že sušení není okamžitý proces a jeho doba závisí na rychlosti ustavení rovnováhy mezi vlhkostí látky a okolní atmosférou!

Sušení kapalin

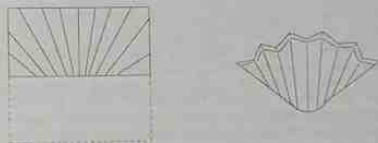
Kapaliny sušíme v uzavřených nádobách (nejčastěji v Erlenmeyerových bankách) přidáním sušidla, které za občasného promíchání nejméně několik hodin působit (nejlépe přes noc), než dojde k ustavení rovnováhy. Při větším obsahu vody může dojít po chvíli k vytvoření vrstvičky nasyceného vodného roztoku sušidla. Pak musíme roztok oddělit. To provedeme v dělicí nálevce a potom přidáme nové sušidlo. To musí zůstat v kapalině stále syčké a volně pohyblivé - nemí se sblát. Přidání nadměrného množství sušidla vede ke značným ztrátám produktu adsorpci na jeho povrchu. Po ukončení sušení kapalinou od sušidla

odfiltrujeme přes suchý skládaný filtr do suché baňky. Namísto skládaného filtru někdy s výhodou použijeme chomáček vaty. Oddělování sušidla odsáváním není vhodné. Dochází při něm k silnému odpařování, tím i ochlazování a kondenzaci vzdušné vlhkosti.

6.2 Filtrace

Filtrace odděluje od sebe dvě fáze tím, že použitým porézním materiálem prochází pouze jedna z nich. Nejčastěji se jedná o oddělení kapaliny, případně plynu, od pevných látek v nich rozptýlených. Filtrace je operací užívanou při přípravě roztoků a jejich čištění a sušení, při krystalizaci i izolaci pevných látek. Jako filtrační materiál používáme v laboratorii nejčastěji filtrační papír (nekřídlený či evaporační papír) nebo skleněné frity. Jak filtrační papír tak i frity mohou mít různou velikost pórů. Pro práci v laboratorii zabývající se preparativní organickou chemií používáme běžný filtrační papír dodávaný v arších a frity se střední velikostí pórů označené číslicemi 1 až 3 (nejhrubší je 1 a nejmenší 3).

Pro jednoduchou filtraci užíváme nálevku do ní vložíme buď hladký filtr, který přiléhá ke stěnám nálevky, nebo lépe skládaný filtr, který má větší plochu a filtrace je tedy rychlejší. Postup skládání filtru je patrný z obrázku (obr. 16).



Obr. 16. Skládání filtru

Správná velikost filtru v obu případech je taková, když jeho okraj končí asi 3 až 5 mm pod okrajem nálevky. Rychlost filtrace je dána kromě hustoty filtru i velikostí jeho povrchu a hydrostatickým tlakem. Je proto vhodné udržovat filtr neustále plný. Nejčastěji užívané skládané filtry před vlastní filtrací nasmáhneme. Nálevku s filtrem vkládáme obvykle přímo do hrda baňky nebo do kruhu na stojanu a jímadlo postavíme tak, aby filtrát sákal po jeho stěně. Kapalinu naléváme na filtr tak, aby její proud nsmětoval na střed filtru (tam je jeho síť). Kapalinu naléváme na filtr tak, aby její proud nsmětoval na střed filtru (tam je jeho síť). Kapalinu naléváme na filtr tak, aby její proud nsmětoval na střed filtru (tam je jeho síť). Kapalinu naléváme na filtr tak, aby její proud nsmětoval na střed filtru (tam je jeho síť). Kapalinu naléváme na filtr tak, aby její proud nsmětoval na střed filtru (tam je jeho síť).

Oddělení většího množství pevné látky od kapaliny provádíme filtrací s odsáváním. K tomu užíváme Büchnerovu nálevku nebo fritu, které jsou spojeny s odsávací baňkou zátokou nebo gumovou podložkou. Při použití Büchnerovy nálevky je vlastním filtrem filtrační papír položený na jejím dně a to takové velikosti aby pokrýval všechny otvory nálevky, avšak nepřesahoval až ke jejím stěnám. Filtraci provádíme tak, že po připojení odsávací baňky s přípravkou nálevkou k vývěvě nalijeme nejprve na filtr trochu filtrovaného roztoku a až po jeho přisátí naléváme další látku. Při větším množství pevné látky dochází během filtrace v nálevce k popraskání filtračního koláče, což zhoršuje účinnost odsávání. Trhání proto obrácenou hladkou skleněnou zátokou zahlazujeme a v závěru filtrace ji filtrační koláč upěchujeme. Abychom pevnou látku zbavili dokonale matečných loubů, provedeme

zpravidla tzv. vykrytí. Pracujeme tak, že odsávání přerušíme a na již odsátý filtrační koláč nalijeme malé množství vychlazeného rozpouštědla (stejněho), které necháme do koláče vsáknout nebo jej s ním rozmícháme a pak ostře odsajeme. Celou operaci musíme dovést dostatečně rychle, aby ztráty vzniklé dalším rozpouštěním substance byly minimální. Dokonale odsátý filtrační koláč pak z nalevkou vyjímáme buď jemným poklepnutím s obrácenou nálevkou na filtrační papír a pokud se to nepovede, použijeme spachtli nebo laboratorní lžičku.

Při práci se skleněnou fritou je celý postup stejný, ale o to jednodušší, že nevládneme žádný filtrační papír.

Při odsávání malých objemů užíváme odsávací zkumavky a malé frity nebo speciální filtrační nástavce (obr. 8).

6.3 Krystalizace

Krystalizace je v preparativní organické chemii důležitou a velmi účinnou čistící operací. Její princip spočívá v rozpouštění látky ve vhodném rozpouštědle, v případě potřeby i filtraci připraveného roztoku (pokud obsahuje mechanické nečistoty nebo když jsme přidali pro odhárnutí roztoku např. aktivní uhlí) a opětovným vyloučením látky v krystalické formě.

Při této operaci využíváme skutečnosti, že se rozpustnost naprostě většiny organických látek zvyšuje spolu se vzrůstající teplotou. Vhodnost použitého rozpouštědla posuzujeme podle rozdílu rozpustnosti látky ve vracím rozpouštědle a rozpustnosti při nižší, zpravidla laboratorní, teplotě. (Vzhledem k tomu, že v základním kurzu laboratorní připravujeme látky již popsané, jejichž čištění krystalizací je dobře známé, použijeme vždy rozpouštědlo uvedené v předpise!) Ideální stav; kdy látka je velmi dobře rozpustná za horka a prakticky nerozpustná při teplotě laboratorní, je výjimkou. Proto zůstává v roztoku po oddělení krystalů, v tzv. matečných loužích, kromě nečistot (většinou vedlejších produktů reakce) i část látky, kterou krystalizací čistíme. Při každé krystalizaci musíme tedy počítat s určitou ztrátou. Záleží na okolnostech, zda se rozhodneme pro dodatečnou izolaci látky z matečných louží.

Krystalizace není rozpouštění látky a odpaření připraveného roztoku do sucha!!!

Krystalizace organických látek z vody

Ke krystalizaci z vody potřebujeme dvě Erlenmeyerovy baňky, nálevku s kratším širším stonkem a skládaný filtr. Jako zdroje tepla použijeme dva kahaný a dvě trojnožky se dvěma sítkami. Namísto kahaní mohou výborně posloužit elektrické vyhřívané míchací stojky nebo elektrický plotýnkový varič. V jedné baňce připravujeme za varu nasycený roztok surového produktu a ve druhé baňce máme zásobní velkou vodu a současně v jejím hrdle vyhřívané nálevku, v níž je umístěn skládaný filtr. Velikost baňek volíme tak, aby stonky nálevky nezasažoval při filtraci do filtrátu.

Nasycený roztok připravujeme tak, že k látce přidáme cca 2/3 předpokládaného množství potřebné vody (podle rozpustnosti uvedené v tabulkách), vhodíme *varný kamínek* („krychlička“ cca 3x3 mm z nepolévané dlahovice), který zamezí přetáhání roztoku a vzpění, a suspenzi za občasného zamíchání přivedeme k varu. Pak přidáváme po částech tolik vroucí vody (z baňky, kde ohíváme nálevku), až se všechna látka právě rozpustí. Právě takto připravený roztok surového produktu bývá často tmavě zbarven, použijeme k jeho odhárnutí aktivní uhlí, tzv. karborafin. Tímto přidáváme malé množství, cca 1 mlou lžičku na 100 ml, a to až do borkého nasyceného roztoku. Pokud bychom jej přidali na počátku, nebylo by vidět, jak se látka rozpustí. *Baňku s roztokem musíme však před přidáním karborafinu odstavit (sujmout) z tepelného zdroje (vypnutí kahanu nebo varče nestáčí), aby nedošlo po nasypaní aktivního uhlí ke vzpění.* Před dalším zahříváním musíme vhodit nový

varný kamínek a po krátkém povaření můžeme začít s filtrací. Pro filtraci použijeme parami vyhřátou se skládaným filtrem z Erlenmeyerovy baňky, kde jsme měli zásobu vroucí vody. Před vlastní filtrací vylijeme z této baňky téměř všechnu vodu (stačí, když zůstane lehce pokrytá dnem), mezi hrdlo baňky a nálevku vložíme průtůček 2x přefiltrovanou filtračního papíru (aby mohl unikat vzduch) a ihned začneme s filtrací. Během celé operace stále zahříváme roztok i filtrát k *mírnému* varu, aby byla nálevka parami vyhřívána a nálevku můžeme ještě přiklopit hodnovým sklem, čímž omezíme odpařování a tím i ochlazování roztoku. Zahřívání přestane až po skončení filtrace. Při zachování tohoto postupu omezíme krystalizaci látky na filtru na minimum.

Filtrát pak necháme volně zchládnout na laboratorní teplotu, kdy by mělo dojít k vyloučení pevné fáze. Jestliže k vyloučení krystalů nedošlo, můžeme tomu naponomí tím, že do roztoku vhodíme malý krystalek látky, kterou čistíme (tzv. očko) nebo můžeme krystalizaci vyvolat třením skleněné tyčinkou o stěnu baňky s vychlazeným roztokem. V případě, že tyto pokusy selžou, znamená to, že je námi připravený roztok příliš zředěný (látku jsme „utopili“) a je nutno část vody odpařit, a to nejlépe na vakuové odparce, případně i na odpařovací misce umístěné na vodní lázni. *Pozor – pro vlastní krystalizaci odpařovací misky nebo kádinky v laboratorních organické chemii nikdy nepoužívejte!* V baňkách pracujeme proto, abychom minimalizovali styk čistěné látky s atmosférou a omezili odpařování.

Vyloučené krystaly oddělíme od matečných louží odsátím na fritě nebo Büchnerově nálevce a v případě potřeby vykryjeme malým množstvím ledové vody (viz kap. 6.2). Odsátou látku sušíme obvykle za laboratorní teploty na filtračním papíru. Po každé krystalizaci stanovíme vždy bod tání čistěné látky.

Krystalizace látek z organických rozpouštědel

Použijeme-li pro krystalizaci látek organická rozpouštědla, provádíme krystalizaci v aparatuře znané na obr. 20. Krystalizovaná látka je umístěna ve varné baňce opatřené Y-kusem, v jehož bočním rameni je zpětný chladič a v tubusu, který je v ose baňky je přikápnávací nálevka. K pevné látce přidáme cca 3/4 předpokládaného potřebného objemu rozpouštědla, vhodíme varný kamínek a suspenzi uvedeme do varu.

Zahřívání provádíme na vodní lázni, elektrickým topěním hnízde nebo variči. Další rozpouštědlo přidáváme z přikápnávací nálevky po malých kvantech, aby nedošlo k přerušování varu. Pokud budeme provádět filtraci, přidáme asi o 5 % více rozpouštědla než odpovídá nasycenému roztoku. Pokud použijeme k odhárnutí karborafin nebo oxid hlinitý (u nepolárních rozpouštědel) postupujeme obdobně jako při krystalizaci z vody. Adsorbent můžeme přidat tubusem, v němž byla přikápnávací nálevka a pak otvor uzavřeme zátkou. Filtraci provádíme pomocí nálevky a baňky předehřátých v susmě (pozor, aby jejich teplota nebyla vyšší než bod varu rozpouštědla) v dostatečně vzdálenosti od plamene nebo zdroje jiskření, aby nedošlo ke vznícení par hořlavého rozpouštědla. Izolace vyloučených krystalů je stejná jako při krystalizaci z vody.

6.4 Stanovení bodu tání

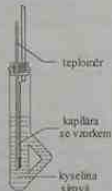
Bod tání je charakteristickou fyzikální konstantou krystalického chemického individuá. Je to teplota, při níž jsou pevná a kapalná fáze v rovnováze a jeho stanovení patří v laboratorní organické chemii k běžným operacím. Bod tání (dále jen b. t.) slouží nejen k identifikaci pevné látky, ale je zároveň i kritériem její čistoty, protože i malé množství nečistot způsobuje jeho podstatné snížení. Tuto skutečnost využíváme při čištění látek krystalizací. Krystalizací opakujeme tolikrát, až se již bod tání nemění a látku můžeme pak

považovat za chemické individuum. Čisté látky mají zpravidla ostrý b. t., to znamená, že mají v rozmezí 1 - 2 °C. Širší teplotní interval a stříbený b. t. svědčí o tom, že se jedná o látku znečištěnou. Některé látky se při zahřívání rozkládají, což se obvykle projeví zmavnutím. V tomto případě mluvíme o bodu tání za rozkladu. Tento údaj není zdaleka tak charakteristický a je silně ovlivněn rychlostí a dobou zahřívání. Za b. t. označujeme celý teplotní interval od doby, kdy se začíná krystalická struktura hroutit, až do vymizení pevné fáze. Před vlastním stanovením bodu tání neznámé látky je vhodné zkusit, jak se látka chová při zahřívání na špičce Spachtle v plameni kahanu. Tento jednoduchý pokus poskytuje mnohdy velmi cenné informace – látka taje při velmi nízké teplotě, netaje, vybuchuje apod.

Princip stanovení bodu tání je velmi prostý a rovněž aparatura k tomu potřebná nemusí být nijak náročná. Nejobvyklejším způsobem je stanovení b. t. ve skleněné kapiláře. Existuje řada komerčních elektricky vyhřívajících bodotávků, kde lze sledovat chování vzorku v osvětlené kapiláře pod zvětšovacími sklem nebo mikroskopem (kap. 4). Nejsou-li tyto přístroje v laboratorii k dispozici, můžeme stanovit b. t. i na improvizovaném bodotávku (obr.17). Zkumavku pak pomalu zahříváme tak, aby teplotní gradient v okolí ocelávaného b. t. byl asi 2 °C/min. Je-li náplň koncentrovaná kyselina sírová můžeme její zahřívání max. do 180 °C.

Teokostinnou kapiláru pro stanovení b. t. snadno zhotovíme z čisté, chromstrovou kyselinou vymyté zkumavky vtažením na skládkáče kahanu. Kapiláru o světlosti asi 1 mm napečeme na cca 10 cm dlouhé kousky a ty pak v polovině přetavíme. Takto připravené kapiláry uchovávané v čisté uzavřené zkumavce.

Látka, jejíž b. t. stanovujeme, musí být suchá (vlhkost se projevuje jako nečistota). Proto vzorek látky rozeteme špachličkou na porézní střeš (z nepolevané dlaždice). Tím látku zároveň dosušíme a je připravena pro naplnění do kapiláry nebo k natření na podložní sklo při stanovení b. t. pod mikroskopem. Upečování cca 3 mm sloupečku vzorku na dně kapiláry docílíme buď opatrným poklepáváním nebo stačnými tak, že kapiláru necháme padat suchou asi 50 cm dlouhou skleněnou trubičkou na tvrdou podložku (např. dlaždice).



Obr. 17. Bodotávek s kyselinou sírovou



Obr. 18. Sublimátor

6.5 Sublimace

Sublimaci rozumíme přímý přechod z pevného skupenství do skupenství plynného. Využíváme ji k čištění a izolaci krystalických látek od netěkavých (nebo málo těkavých) příměsí. Vlastní sublimací proces je založen na stálém porušování rovnováhy mezi tuhou látkou a jejími parami, které ji obklopují tím, že páry odvádně od kondezačního prostoru,

kde dochází k vyvolávání pevné fáze na chlazených plochách. Sublimovat lze v zásadě všechny látky, které mají dostatečnou tlenu par pod svým bodem tání. Rychlost sublimace můžeme ovlivnit teplotou, tlakem a provedením experimentu. Tlumení tlaku snižuje teplotu sublimace. Dále je vhodné minimalizovat vzdálenost mezi chlazenou plochou, kde látka kondenzuje a surovou pevnou látkou, kterou sublimujeme. V laboratorii používáme k sublimaci komerčně dostupný sublimátor (obr. 18). Postupujeme tak, že na dně sublimátoru nasypeme výchozí látku a to maximálně do 1/2 vzdálenosti mezi dnem a chladičím prstem. Po zapojení chladičí vody připojíme aparaturu k vakuové pumpě a do sublimátoru zahříváme na lázni na teplotu ca o 10 °C nižší než je bod tání látky. Zahřívání musíme důsledně kontrolovat a v žádném případě nesmí teplota vystoupit výš než na hodnotu o ca 5 °C nižší než je b. t. surové směsi. Jakmile nasublimuje tolik látky, že by se začala dotýkat surové látky, proces přerušme a sublimát sekrápneme do prachovnice nebo spláchneme čistým rozpouštědlem do varné baňky. Čelý proces opakujeme tolikrát, až na dně sublimátoru zůstane jen netěkavý podíl. Při použití rozpouštědla substanci získáme jeho odpařením, nejlépe za sníženého tlaku.

6.6 Extrakce

Extrakce (v obecném smyslu slova) je čističí a dělicí proces, při kterém se směsí pevných, kapalných či plynných látek přechází požadovaná složka do vhodného rozpouštědla. Extrahovanou substanci pak získáme po odpaření (oddestilování) rozpouštědla.

Vytřepávání

Vytřepávání je jednoduchá forma extrakce, při které získáváme nebo odstraňujeme z roztoku látku protřepáváním s vhodným rozpouštědlem, které se s původním roztokem nemísí. Při této operaci je většinou jedná fáze vodná (nebo s vodou mísitelná) a druhá je voda nerozpustná – organická. V podstatě přicházejí v úvahu dva typické případy. V prvním extrahujeme rozpouštědlem organickou látku z vodného roztoku nebo suspenze a v druhém případě vymýváme z organické fáze vodu nežádoucí, většinou minerální, nečistoty (soľi, zbytky kyselin apod.). Vytřepávání provádíme v dělicích nálevkách přiměřené velikosti (j. takové, aby extrahovaný roztok spolu s extrakčním činidlem zaujímal asi 2/3 objemu dělicí nálevky. Před započetím práce je důležité zkontrolovat těsnost a volnou odtěvitelnost nálevky. Před započetím práce je důležité zkontrolovat těsnost a volnou odtěvitelnost nálevky. Před započetím práce je důležité zkontrolovat těsnost a volnou odtěvitelnost nálevky. Před započetím práce je důležité zkontrolovat těsnost a volnou odtěvitelnost nálevky. Před započetím práce je důležité zkontrolovat těsnost a volnou odtěvitelnost nálevky.

Nálevky během práce zavěšujeme do železových kruhů upevněných na laboratorním stojanu. Postup vytřepávání popíšeme na příkladu extrakce organické látky z vodného roztoku. K roztoku v dělicí přilijeme rozpouštědlo v množství, jaké je uvedeno v předpise. Nálevku zasazujeme a uchopíme do dlaně tak, abychom ji přidržovali zátkou a odtělíme stonkem vzhůru. Pak *líně* druhou rukou opatrně otevřeme kohout a tím uvolníme případný přetlak – „odvzdušníme“. Při odvzdušňování dbáme na to, aby stonček nálevky mířil do přetlak – „odvzdušníme“. Při odvzdušňování dbáme na to, aby stonček nálevky mířil do přetlak – „odvzdušníme“. Při odvzdušňování dbáme na to, aby stonček nálevky mířil do přetlak – „odvzdušníme“. Při odvzdušňování dbáme na to, aby stonček nálevky mířil do přetlak – „odvzdušníme“.

než jednorázová extrakce velkým objemem. Pokud pro extrakci použijeme rozpouštědlo lehčí než voda (ether, toluen), tvoří extrakt horní vrstvu. V případě rozpouštědel těžších než voda (chloroform, tetrachloroethylen) je extraktem vrstva dolní.

V případě pochybnosti, která vrstva je vodná, odpaříme z dělicí nálevky asi 1 ml spodní vrstvy do zkumavky, přilijeme k ní trochu vody a sledujeme, zda se oddělují vrstvy. V případě oddělení se jedná o vrstvu organické látky.

Někdy nastávají při vytěpávání obtíže ze špatným oddělováním obou vrstev. To může být způsobeno malým rozdílem jejich specifických hmotností. V případě, že používáme k extrakci rozpouštědlo lehčí než voda můžeme rozdíl zvětšit přidáním do vody dobře rozpustných neutrálních solí (NaCl), čímž navíc snižujeme rozpustnost organických látek ve vodě (vysolení). Špatné oddělování může být také způsobeno přítomností tuhých, často pryskyřičnatých, látek, objevujících se na rozhraní vrstev. V tomto případě pomáhá jejich odfiltrování přes fritu nebo Büchnerovu nálevku. Při extrakci příliš mavých roztoků může být obtížné rozeznat rozhraní obou vrstev. Proto je možné roztoky alespoň částečně odbarvit karboranem nebo v případě nepolárních rozpouštědel oxidem hlinitým. Spojené extrakty z jednotlivých vytěpávání před dalším zpracováním většinou ještě protěpeme v dělicíce s vodou, abychom z ní odstranili stopy kyselin nebo zásad. Kyselé etherické extrakty protěpáváme obvykle s roztokem alkalických uhličitů – samotná voda k odstranění kyselosti nestačí. Protože se při této operaci uvolňuje CO_2 , nesmíme zapomínat vést provětrávací ventily! V krajním případě by mohlo dojít k explozi dělicíky.

Po vysušení promytých extraktů vhodným sušidlem (viz kap. 6.1) odfiltrujeme pevný podíl přes skládaný filtr do varné baňky. Po oddestilování rozpouštědla v ní zůstane surová extrahovaná látka, kterou obvykle dále čistíme destilací nebo krystalizací. Teprve nyní můžeme vyfiltrovat zbylou vodnou vrstvu bez obav, že spolu s ní likvidujeme i produkt reakce.

Použití Soxhletova extraktoru

Soxhletův extraktor (obr. 19) je nejčastěji používaným přístrojem pro extrakci pevných látek těkavými rozpouštědly. Páry rozpouštědla odcházejí z varné baňky bočním ramenem extraktoru do zpětného chladiče a kondenzát stéká na extrahovaný materiál umístěný v patroně z filtračního papíru. Jakmile úroveň hladiny v extrakčním prostoru dosáhne výšky horního ohybu násosky přeteče extrakt samovolně do varné baňky. Tento pochod se periodicky opakuje a málo těkavá extrahovaná látka se shromažďuje ve varné baňce. Vlastní extrahovanou substancí získáme po oddestilování rozpouštědla.



Obr. 19. Soxhletův extraktor

6.7 Zahřívání pod zpětným chladičem

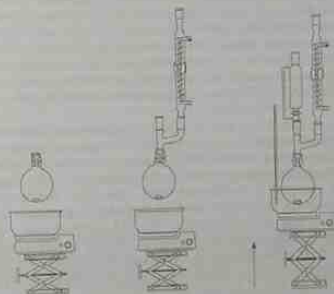
Reakce organických látek se obvykle provádějí v zábrusových aparaturách skládajících se z reakční baňky s kulatým dnem a zpětného chladiče. Tato aparatura může obecně existovat ve třech variantách:

- Baňka – chladič.
- Baňka – Y kus – přikapávací nálevka – chladič.
- Baňka – chladič s odvodem par nebo reakčních plynů.

6.7.1 Stavba aparatury

Aparatura „baňka – chladič“

Stavba aparatury začíná uchytcením reakční baňky držákem k laboratornímu stojanu do výše 15 až 20 cm nad základnu (podle uvažovaného zdroje tepla). Před uchytcením zpětného chladiče je vhodné, ještě na desce stolu, nasadit gumové hadice pro přívod a odvod vody. Doporučuje se okraj hadice předem navlhčit glycerolem, který usnadní nasazení a nezpůsobuje sklouznutí hadice. Držák přidržuje chladič v horní třetině jeho délky. Je chybou uchyvat chladič držákem za horní zábrus! Křídlová matka držáku se utahuje jen tak, aby chladič vlastní vahou dosedl do zábrusu hrla baňky a aby bylo možné, v případě nutnosti, provést okamžitě zvednutí celé aparatury (tj. baňky a chladiče). Je-li třeba provádět reakci v bezvodém prostředí, nasazuje se na horní zábrus zpětného chladiče sušící nástavec (tzv. chlorokalciový uzávěr) naplněný vyžháným sušidlem (granulovaným $CaCl_2$ popř. pecičkami KOH).



Obr. 20. Stavba aparatury

Aparatura „baňka – Y kus – příkápávací nálevka – chladíče“

Tato aparatura se používá při takové reakci, kdy se do reakční směsi příkápává druhá kapalná složka ze zábrusové příkápávací nálevky. Při stavbě této aparatury (obr. 20) se doporučuje uchytit do držáku pouze baňku a zpětný chladíče nasazený v zábrusu bočního hrdla Y kusu. Příkápávací nálevka se umísťuje do zábrusu přímého ramene Y kusu (v ose hrdla reakční baňky). Uchycování příkápávací nálevky je zbytečné.

Aparatura „baňka – chladíče s odvodem par nebo reakčních plynů“

Tato aparatura umožňuje odvod a jímání nezkondenzovaných par nebo plynů (např. HBr) odcházejících z reakce a jejich následné jímání.

6.7.2 Zahřívání

Vyžaduje-li reakce zahřívání je možno využít v podstatě čtyř možností, z nichž každá má své neocenitelné výhody, ale i některé nevýhody:

- Zahřívání na lázni, záhřev elektromagnetickou michačkou.
- Zahřívání na lázni, záhřev plynovým kahanem.
- Zahřívání na elektrickém laboratorním topném hřízdlé.
- Zahřívání na síťce plynovým kahanem.

Zahřívání na lázni

Pro kapalinnou lázně platí tyto společné zásady:

Pro ohřev do 75 °C volíme obvykle vodní lázeň, pro zahřívání na vyšší teploty (max. do 180 °C) pak lázeň se silikonovým olejem. *Pozor! Nedoporučuje se slévát silikonové lázně, které se v případě různého složení někdy nemísí.* Baňku se zahřívající kapalinou noříme do lázně tak, aby hladina lázně i hladina zahřívání látky byly přibližně ve stejné výšce. Nádobu pro lázeň volíme dostatečně velkou a látkou, která má být zahříváním prosteředím, ji plníme jen tak, aby po zahřátí, kdy zvětší svůj objem, z nádoby nepřetékala. Teplotu lázně kontrolujeme vždy stabilně zavěšeným teploměrem, který zavěsíme do lázně tak, aby byl co nejlépe zahřívání baňky a aby se nedotýkal dna ani stěny nádoby lázně. Upevníme jej do malého držáku pomocí kousku pryžové hadičky. Lázeň zahříváme pouze o 10 až 30 °C výše než je teplota varu zahřívání kapaliny, abychom zabránili přehřívání par a rozkladu kapaliny vyšší teplotou.

Při práci se silikonovou lázní je třeba po skončení zahřívání lázeň ještě za horka snížit (nebo vysunout zahřívající aparaturu vzhůru), aby teplý olej okapal do lázně (nikoli na pracovní stůl) a jeho zbytky se ofou s baňky bahnitou vatou nebo zbytky filtračního papíru. Nebezpečí při práci se silikonovou lázní je její kontaminace vodou. Kapky vody v horké lázni způsobují „prskání“ a vystřikování lázně, které může skončit vypěněním lázně a opařením nebo požárem. Silikonovou lázeň, která obsahuje vodu, upravíme pro další použití tak, že ji delší dobu zahříváme v digestoři na 100 - 110 °C, aby se voda pomalu odpařila. Pro rychlejší odpaření vody se doporučuje lázeň během zahřívání intenzivně míchat.

Pro případ zahřívání aparatury na teploty nad 180 °C volíme zahřívání na elektrickém topném hřízdlé nebo zahřívání na asbestové, popř. keramické síťce pomocí plynového kahanu.

Zahřívání na lázni, záhřev elektromagnetickou michačkou

Zahřívání baňek ve vodní nebo silikonové lázni představuje klasický bezpečný způsob práce v organické laboratorii. Zahřívací aparatura sestává z kovové (nejčastěji hliníkové) nebo skleněné nádoby s kapalinnou lázní (vodou nebo silikonovým olejem), ve které je ponořeno

kovové čidlo teploměru a kontrolní skleněný nezabrusový teploměr. Lázeň je postavena na elektromagnetické michačce a to vše se umísťuje na laboratorní stojánek nebo na plechový podstavec (obr. 20).

Po sestavení aparatury (baňka + michačka, chladíče) zvolíme teplotu, na kterou bude baňka zahřívána. Teplotu plotky nastavíme na teplotu cca o 50 °C vyšší než je zvolená teplota lázně. Zahřívání lázně sledujeme jednak na displeji elektronického teploměru, jednak na kontrolním skleněném teploměru.

Je-li potřeba směs v bačce míchat, nedáváme varný kámenek, ale zvolíme při sestavování aparatury do baňky telefonové michačo vhodné velikosti. Je-li možnost výběru, volíme michačo raději větší než menší. To vkladáme do baňky velmi opatrně tak, že jej vsouváme po stěně baňky, aby nedošlo, zvláště při užití větších elektromagnetických michaček, k proražení dna baňky. Rychlost míchání volíme takovou, aby se směs dostatečně míchala. Překročení optimálních obrátek dojde často k poruše míchání zastavením („utržení se“) michačky. V tom případě je nutno snížit obrátky na minimum a poté nastavit znovu optimální obrátkové režim.

Výhody a nevýhody zahřívání na lázni při záhřevu elektromagnetickou michačkou:

- Výhody: Bezpečný způsob ohřevu bez použití otevřeného plamene, kontrola teploty lázně teploměrem, snadné nastavení a udržování teploty, možnost současného míchání reakční směsí.
- Nevýhody: Teklin složek lázně do ovzduší laboratorně, zvláště při vyšší teplotě (silikonový olej), nutnost omývatí baňek po reakci zevně (silikonový olej), možnost překypnutí silikonové lázně při kontaminaci s vodou, u vodních lázní nutnost jejich doplňování, pomalý ohřev lázně, teplotní limit.

Zahřívání na lázni, záhřev plynovým kahanem

Zahřívací aparatura sestává z kovové nádoby s kapalinnou lázní (vodou nebo silikonovým olejem), ve které je ponořeno skleněný nezabrusový teploměr. Nádobu s lázní je umístěna na kovové trojnožce (někdy ne na kovovém kranulu). Je-li dno nádoby menšího průměru než kovová trojnožka podložíme nádobu kovovou sítkou bez arbestu. Teplotu lázně regulujeme přivíráním kohoutu plynového kahanu. Teplotu lázně zahřívání plynovým kahanem se poměrně obtížně reguluje, zejména jednalo-li se o teploty pod 60 °C. Při velkém přivření kohoutu totiž často dochází ke skokovitému plamenu kahanu přívratem. Pro zahřívání na ukotvené nízké teploty je možno s výhodou použít mikrokahanu. Pro krátkodobé pěstění baňky na teploty 30 - 50 °C je možno užít vodu z průtokového ohříváče.

- Výhody: Jednoduchá aparatura.
- Nevýhody: Zahřívání na lázni při použití plynového kahanu jsou stejné jako v předchozím způsobu. Navíc přibývá: obtížné nastavení a udržení zvolené teploty, otevřený plamen, nebezpečí požáru, vylučování uhliku na dně nádoby s lázní při užití svítivého plamene.

Zahřívání na laboratorním topném hřízdlé

Aparatura sestává z laboratorního topného hřízdlá (LTH) umístěného na laboratorním zvedáčku nebo na plechovém podstavci. LTH pro větší baňky mají dva topné okna a dva nepřepínáče, jeden pro spodní část nádoby, druhý pro horní část nádoby. *Pozor! Pokud není hladina kapaliny v bánece nad úrovní horního okraje LTH používá se ponore topení pro spodní část nádoby;* v opačném případě hrozí nebezpečí prasknutí skleněné baňky. Baňka na hřízdlé části nádoby; v opačném případě hrozí nebezpečí prasknutí skleněné baňky. Na hřízdlé musí být baňka vždy uchycena.

Velikost a rychlost ohřevu na LTH se řídí otočným ovladačem. Pro vlastní nastavení ohřevu se řídíme návodem pro syntézu dané sloučeniny. Obecně začínáme ohřev na stupně

2 - 3 (tj. otočení ovladače o 60 až 90° doprava). Není-li ohřev směsi dostatečný (což poznáme, že rozpouštědlo nezačne během cca 10 minut živě destilovat do zpětného chladiče), otočením ovladače postupně ohřev zvyšujeme až na potřebnou hodnotu. Před dalším zvýšením ohřevu vždy vyčkáme 2 - 3 minuty, abychom reakční směs nepřehřáli.

- **Výhody:** Čistá práce, rychlé sestavení aparatury, rychlé nalezení optimálního režimu zahřívání, snadná regulace ohřevu.
- **Nevhody:** Možnost úrazu elektrickým proudem při polítní hůlce, nemožnost zjistit přesně teplotu vně a na začátku zahřívání i uvnitř baňky, nepouzitelnost pro vakuovou destilaci, nebezpečí přehřátí, popř. prasknutí baňky, nutnost volby LTH podle velikosti baňky, jista teplotná setrvačnost.

Zahřívání na síťce

Zahřívání baněk (popř. kádínek) na trojnóžce a na kovové, azbestové, popř. keramické síťce kahanem se užívá především pro ohřev vody a vodných roztoků. Velikost ohřevu se reguluje přivíráním kohoutu plynového kahanu. Při velkém přivření kohoutu však často dochází ke sfouknutí plamene kahanu průvanem.

- **Výhody:** Jednoduchá aparatura, velký tepelný příkon, rychlý ohřev, malá setrvačnost.
- **Nevhody:** Otevřený plamen, nebezpečí požáru při prasknutí baňky, přehřívání (až připalování) obsahu na stěně baňky, špatná regulace teploty, zvláště při nízkých příkonech, vypalování sířky a znečišťování ovzduší.

6.8 Destilace

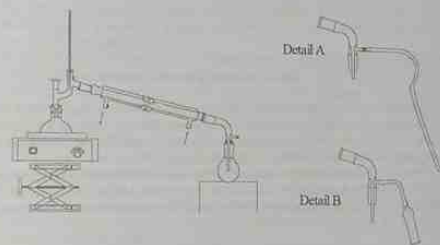
Destilace je jednou ze základních čistících operací. Látko nebo směs látek se zahříváním převedou z kapalné fáze do fáze plyné (v páru), která se po ochlazení v sestupném chladiči zkapalní a shromažďuje v jímadle.

Destilace za atmosférického tlaku

Zábrusová aparatura pro destilaci za atmosférického tlaku (obr. 21) se skládá z varné baňky s kulatým dnem, sestupného vodního chladiče (do bodu varu destilované kapaliny 150 - 170 °C) s odpovídajícím teploměrem, destilační předložky (alonže) a jímací baňky. Při destilaci kapaliny s b.v. nad 170 °C používáme vzdušný sestupný chladič. Velikost destilační baňky volíme takovou, aby ji destilovaná kapalina vyplývala nejméně z 50%, nejvíce však ze 75%. Před sestavením každé aparatury je třeba zábrusu lehcě polítní tukem na zábrusu, aby dokonale těsnily, aby se lehcě otáčely, při zahřívání se „nezapeklý“ a po skončením zahřívání se daly bez nebezpečí roztříbit vzduchem.

Stavbu aparatury začínáme od varné baňky (nezapomenout na varný kámenek, popř. mícháčko), kterou umístíme do výše 15 až 20 cm nad základovou desku stojanu podle toho, jaký zvolíme zdroj tepla. Jednotlivé části aparatury se uchycují na stojan pomocí kovových laboratorních držáků vhodné velikosti. Vždy je třeba uchytnout na jeden stojan varnou baňku, na další stojan pak sestupný chladič. Alonže se zabezpečuje proti pádu plastovou úchytkou nebo připevněním gumíčkou k olivce chladiče! Jímadlo neuchycujeme ke stojanu, nýbrž podložíme volně položeným korkovým kruhem. Toto uspořádání zamežuje možné prnutí aparatury a umožňuje snadnou výměnu jímada. Při destilaci tekavých hořlavých rozpouštědel (zejména etheru) se na olivku alonže napojuje pryzová hadice, jejíž konec ústí pod úroveň desky laboratorního stolu (obr. 21, detail A). Pokud chceme látku destilovat bez přístupu vzdušné vlhkosti, připojíme na olivku alonže chlorkalciový uzávěr naplněný granulovaným sušidlem (obr. 21, detail B).

Vlastní destilace začíná zahřevem destilační baňky, přesněji řečeno zahřevem lázně, na teplotu o 20 - 40 °C vyšší než je očekávaný bod varu destilované sloučeniny. Po uvedení kapaliny do živého varu vyřívají páry prostor nad destilovanou kapalinou a nakonec vystoupí ke kulaté teploměru. Rtuť teploměru rychle stoupá a zastaví se na určité hodnotě. Páry procházejí chladičem, kondenzují a stékají alonžou do jímada. Nejprve pámla, po kapkách. Touto počáteční částí destilované látky (1 - 5% množství destilace vsádky) necháme proléchnout chladě a alonž. Po určité (krátké) době se rychlost destilace zvýší, začíná destilovat čistá látka. Bez přerušování rychle stoupá a zastaví se, do kterého jsme dosud jímali tuto *přední frakci* za novou suchou baňku. Do té budeme jímát čisté podily, tzv. *hlavní frakci*. Před koncem destilace hlavní frakce se destilace zpomalí a teplota na teploměru začne klesat (neobsahuje-li kapalina další frakci) i nebo stoupat (destilovaná kapalina obsahuje další frakci). Teplotní intervaly, při kterých odebíráme předky a jednotlivé frakce, zapiseme do protokolu. Destilaci přerušme a v destilační baňce zůstává destilační zbytek.



Obr. 21. Destilace za atmosférického tlaku

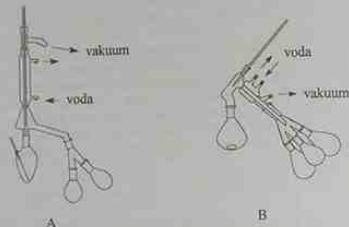
Hodláme-li z destilačního zbytku izolovat další frakce, přelijeme jej do menší baňky (obvykle je třeba použít menší chladič), přidáme nový varný kámenek a pokračujeme v destilaci stejným způsobem.

Destilace za sníženého tlaku (vakuová destilace, destilace ve vakuu)

Pozor! Při vakuové destilaci máme pracovat v ochranném štítě na obličej. Řada sloučenin se při zahřívání rozkládá nebo se za přístupu vzduchu oxiduje. Takové látky je lépe destilovat za sníženého tlaku, neboť snížením tlaku par nad kapalinou docílíme snížení teploty varu destilované látky a destrukce látky je nižší; vakuová destilace je ve velké většině případy.

Aparatura pro vakuovou frakční destilaci (obr. 22) se skládá z destilační baňky, vodního chladiče, vakuové alonže, děliče frakcí („prasátka“) a jímadel. Je vhodné baňky jímadel před sestavením aparatury označit a zvážít. Vakua docílujeme připojením alonže aparatury ke zdroji vakua, kterým obvykle bývá vodní vývěva, membránová nebo rotační olejová pumpa. Před membránovou nebo rotační olejovou pumpou obvykle zahrnujeme vymrazovač ponorený do termosky s vymrazovací lázní (ethanol - suchý led). Dosazené vakuum se měří manometrem připojeným před zdroj vakua (obr. 23). Pokud je aparatura napojena na vodní vývěvu, musí být zatavena pojistná láhev, která zabráňuje zpětnému

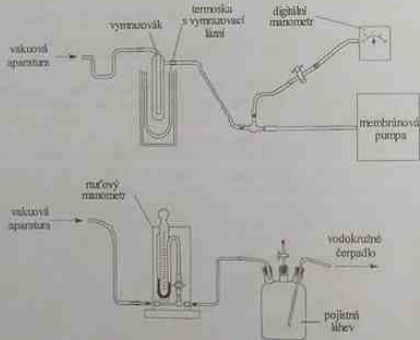
vniknutí vody do destilační aparatury, např. při výpadku elektrického proudu nebo při náhlém snížení tlaku vody.



Obr. 22. Aparatury pro vakuovou destilaci

Při vakuové destilaci se pro zajištění pravidelného varu destilované kapaliny neuzívá varný kamínek. Jeho funkci nahrazuje buď elektromagnetické míchadlo nebo mírný proud jemných bublinek procházející silnostěnou vakuovou kapilárou, pro malá kvanta látek je možno použít skelnou vatu, kterou se vyplní destilační baňka.

Destilační baňkou bývá baňka s kulatým nebo se zaobleným dnem, srdcová baňka, popř. srdcová baňka s postranním tubusem na silnostěnou kapiláru, tzv. „fousem“. Kapilára může být také zavedena do destilační baňky chladičem, s pomocí nástavce na kapiláru.



Obr. 23. Připojení zdrojů vakuu k aparatuře

Kvalita silnostěnné kapiláry se zkouší foukáním do etheru, kdy se má utvořit řídký proud bublinek velikosti špendlíkové hlavičky. Spojení kapiláry s aparaturou se docíluje 2 - 3 cm dlouhým kouskem vakuové hadice a jádrem (NZ 14) s trubičkou. Kapilára má končit ve středu baňky 1 - 2 mm nade dnem.

Pro malá množství destilované látky (5 - 20 ml) lze s výhodou užít k zajištění pravidelného varu při vakuové destilaci elektromagnetické míchadlo, které volíme vždy co největší (podle velikosti destilační baňky), délky aspoň 15 až 25 mm. K destilaci větších objemů se však doporučuje vždy užít silnostěnou vakuovou kapiláru.

Chladič volíme úměrný objemu destilované kapaliny. Pro malé objemy lze užít semimikrochladič spojený s alonží (obr. 22B). *Nepopléstí otvor alonže s přívodem vody!*

Destilace malých množství látek (do 10 ml) se provádí také pomocí lincového nástavce (obr. 22A). Lincový nástavec je na horním konci zábrusem spojen s nástavcem pro připojení zdroje vakuu. V tomto nástavci je pomocí gumové zátky upevněn tyčinkový teploměr tak, aby teploměrná kulička končila v otvoru lince a nedotýkala se stěn.

Dělití frakcí („prasátko“) umožňuje postupné oddělení jímání dvou až čtyř destilačních frakcí pouhým pootočením prasátka bez přerušení vakuu. Vakuum se měří buď ručovým nebo digitálním vakuometrem.

Dříve než začneme zahřívát destilační baňku, spustíme elektromagnetické míchadélko, spojíme alonž destilační aparatury vakuovou hadicí se zdrojem vakuu (obr. 23). Sledujeme chování kapaliny v destilační baňce. Začne-li při klesání tlaku kapalina pění, krátkodobě přerušme přívod vakuu zaškrcením vakuové hadice jejím ohnutím a sevřením v dlani ruky. Po zklidnění hladiny hadici opět uvolňujeme. Teprve nepění-li destilovaná kapalina po dosažení vakuu cca 4 až 1 kPa (cca 30 až 10 Torr) začneme se zahříváním lázně.

Teplotu lázně volíme (podle velikosti aparatury) o 20 až 40 °C vyšší než je očekávaný bod varu při daném vakuu. Bod varu určíme pomocí nomogramu nebo pomocí grafu závislosti bodu varu na tlaku.

Do protokolu zaznamenáme průběh vakuové destilace nejlépe tabulkami formou tak, že pro každou frakci uvedeme teplotní rozzeň b.v. za příslušného tlaku, např. 97 °C/4,2 kPa - 103 °C/4,5 kPa (viz také kap. 6, 3.1.).

Vlastní průběh vakuové destilace až na to, že se provádí za sníženého tlaku, lze popsat stejně jako destilaci za atmosférického tlaku (viz výše).

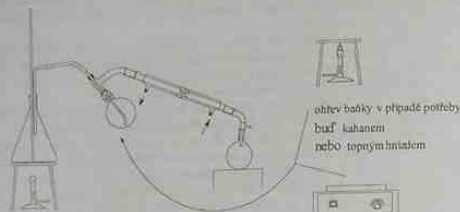
Vakuovou destilaci ukončíme přerušením zahřívání (pokud je lázeň horká nad 150 °C, je třeba nejprve sundat lázeň a tak baňku ochladit) a zavzdušněním aparatury (odpojením hadice přívodu vakuu). Teprve poté se po cca 2 - 3 minutách vypíná motor membránové vývěhy. Destilační frakce se zvaží a kromě silně korozivních látek (např. HBr) se analyzují na plynovém chromatografu. Pokud analýza ukáže, že některé frakce se prakticky svým složením neliší, je možné je spojit.

Destilace s vodní parou

Destilace s vodní parou užíváme k oddělování vysokovroucích látek destilujících (těkajících) s vodní parou od látek netěkavých. Při destilaci s vodní parou tyto vysokovroucí látky destilují při teplotě pod 100 °C.

Aparatura (obr. 24) se skládá z vyvíječe vodní páry, destilační baňky s nástavcem na destilaci (přehánění) s vodní parou, chladiče, destilační předlohy (alonže) a jímadla.

Jako vyvíječ vodní páry slouží Erlenmeyerova baňka naplněná vodou a intenzivně zahřívána kahanem na sířce. V hrle vyvíječe je dvakrát vrtaná zátku, kterou prochází pojistná svislá trubka o vnitřním průměru 8 - 9 mm a délky 70 - 100 cm, sahající až ke dnu vyvíječe páry. Druhým otvorem zátky prochází krátká ohnutá trubička většího vnitřního průměru (cca 8 mm). Ta je spojena krátkou hadicí s uváděcí trubičkou nástavce na destilaci s vodní parou.

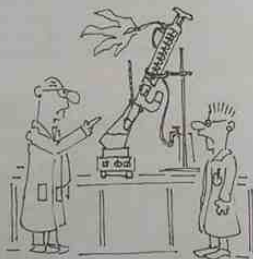


Obr. 24. Destilace s vodní parou

Vlastní destilační baňku začneme lehce přehřívat (na hnízdě nebo na sířce) až tehdy, když během destilační baňce začne, v důsledku kondenzace vodní páry, narůstat. Ten by měl být během destilace zhruba konstantní.

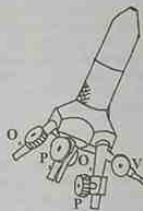
Dochází-li k tuhnutí přeháněné látky ve vodním chladiči, je třeba věs před jeho úplným ucpáním vždy na krátkou dobu přivodit chladič vody uzavřít. Horká para krystalizuje rozstříží a spláchně je do jímádku. Ihned nato vodní chlazení opět zapojíme. Je možné nastavit velmi nízký průtok chladič vody tak, aby látka sice kondenzovala a zčásti tuhla, ale aby se neohromovala a neucpávala chladič.

Průběh destilace s vodní parou se kontroluje tak, že se odebere do zkumavky cca 1 ml destilátu a nasytí se rozetřeným K_2CO_3 (1 - 2 g). Konec přehánění je indikován nepřítomností „mastných ok“ na hladině tohoto vzorku. Destilaci končíme (po předchozím zhasnutí kahanu pod vyšším vodní páry) okamžitým odpojením přivodu páry do destilační baňky, kterou rovněž přestane zahřívat (obr. 24).



7. Základy sklářských prací

Přestože na VŠCHT Praha existuje profesionální sklářské oddělení, práce v organické laboratorii často vyžaduje alespoň elementární znalosti v tomto oboru. Velmi častými operacemi, které lze provést svépomocí, je otevírání a zavírání (zatavování) ampulí, zhotovování vzorkovnic a balónků pro uchování nestabilních látek, výroba skleněných spojek ve tvaru písmene L nebo T, jednoduché tezáni a obýbání skleněných tyčinek, vřítavování kapilár, otavování ostrých konců skleněných částí apod. Základním předpokladem pro práci se sklem je přítomnost sklářského kahanu na pracovišti.



Obr. 25. Sklářský kahan

Sklářský kahan

Sklářský kahan (obr. 25) dovoluje pomocí ventilů P_1 a P_2 přesnou regulaci přívodu zemního plynu do středu a do obvodu trysky, zatímco ventily O_1 a O_2 slouží k zavádění kyslíku z tlakového láhve a ventil V_1 je určen pro tlakový vzduch (v laboratorii není zapojen). Při práci se sklem budeme obvykle používat tzv. ostrý plamen, jenž se vytvoří uvařením směsi tlakového kyslíku a plynu do kahanu tak, že vznikne tmavý ostrý kužel vnitřního plamene (délka cca 5 cm) obalený vnějším kuželem viditelně světlejší barvy (délka cca 10 cm). Nejvyšší teplota v takovémto plameni je nad hrotem vnitřního kužele, kde budeme provádět všechny operace.

Řezání skleněných trubiček

Řezání skleněných trubiček o malém průměru (5 - 10 mm) je nejběžnější a nejjednodušší operací se sklem. Řezání provádíme sklářským nožem nebo diamantem tak, že trubici uchopíme do levé ruky poblíž místa řezu, přiložíme nůž a mírným tlakem provádíme zářez přibližně po jedné čtvrtině obvodu (za současného pootočení trubici). Trubici pak uchopíme asi 3 až 5 cm od místa řezu a tahem rukou se snažíme oddělit obě části od sebe, přičemž oba konce pouze mírně lámeme (obr. 26). Pokud trubici maříme na dvou místech proti sobě, získáme zcela hladký lom bez ostrých výstupků.

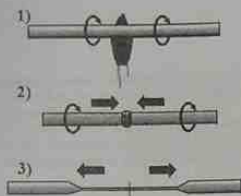


Obr. 26. Oddělování trubiček

Okraje utvářených trubiček je třeba před dalším použitím otavít, aby se předešlo případnému poškození ostrými okraji nebo jemnými úlomky skla. Otavení dosáhneme opatrným otáčením konce trubičky ve větší kuželu plamene, při němž se roztaví a srovnají nerovné kraje řezu.

Zhotovení kapiláry

Další jednoduchou operací je zhotovení kapiláry, určené pro vakuovou destilaci nebo pro nanášení vzorku u tenkovrstvé chromatografie (TLC). Pro zhotovení destilační kapiláry je nejvhodnější trubička o vnějším průměru 8 - 10 mm a sířce stěny 1 - 2 mm. Trubičku opatrně



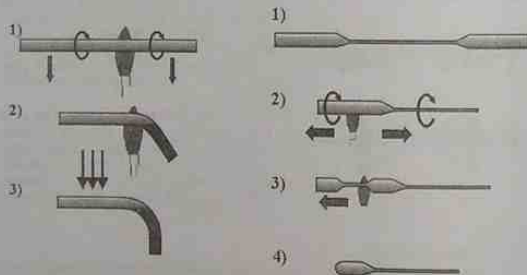
Obr. 27. Zhotovení destilační kapiláry

nahřejeme v plameni (obr. 27), přičemž oba konce tlačíme mírně proti sobě, takže v místě tavení dojde k nahromadění skla v zúžení výrazného zúžení vnitřního průměru kapiláry. Důležité je, abychom trubičkou po celou dobu pomalu otáčeli, aby došlo k rovnoměrnému prohřátí po celém obvodu kapiláry. Je-li vnitřní průměr dostatečně zúžen (pozor na úplně zatavení), vyndáme trubičku z plamene, necháme ochladit cca 2 - 3 sekundy a plynulým oddálením obou konců vytáhneme kapiláru na požadovanou délku. Po opatrném rozlomení uprostřed pak získáme dvě kapiláry pro vakuovou destilaci. Vhodná kapilára má po ponoření do diethyletheru a fouknutí do jejího tuššího konce propouštět jednotlivé bublinky

vzduchu (max. 10 bublinek/s). Tenkostěnná kapilára pro nanášení vzorku při TLC nebo pro stanovení bodu tání se zhotoví vytažením zahřáté trubičky bez hromadění skla.

Ohybání trubiček

Velmi častou operací se sklem je ohybání trubiček do tvaru písmene L. Způsob vhodný pro začátečníky spočívá v nahřátí trubičky v širokém plameni, následném vyjmutí a jejím opatrném zahnutí až do okamžiku, kdy dochází ke zploštění v místě ohybu (obr. 28). Pokud jsme nedosáhli požadovaného oblouku, nahřejeme trubičku vedle místa ohybu a po zmečknutí celou operaci opakuje. Tímto způsobem lze tvarovat tyčinky do průměru 10 mm při velkém poloměru ohybu, přičemž profil je obvykle mírně zploštělý. Pokročilý způsob ohybání trubic se provádí tak, že zahřátou trubičku ohybáme za současného velmi mírného foukání do jednoho z jejích konců. Druhý konec trubičky musí být přitom uzavřen, a to zátkou nebo prstem. (Tímto způsobem zabráňujeme zhoršení vnitřního průměru ohybu, ke kterému by jinak došlo.

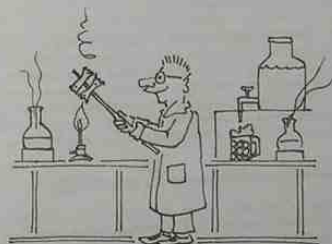


Obr. 28. Ohybání trubiček

Obr. 29. Zhotovení ampulky

Zhotovení ampulky

Pro uchování menšího množství kapalných látek, které jsou na vzduchu nestálé nebo které jsou za normální teploty příliš těkavé, lze využít ampulky připravené ze skleněné trubičky. Celý postup je znázorněn na obrázku 29. Z trubičky o vhodném průměru (podle předpokládaného objemu přechovávané kapaliny) vytáhneme nejdříve kapiláru, ze které podobným postupem jako při vytahování kapiláry připravíme ampulku v plameni. Odložený konec poté zatavíme opatrným nahřátím (za neustálého otáčení) dna ampulky v plameni. Pokud je kapilára ampulky dostatečně široká, můžeme pomocí stříkačky a jehlou spravit kapalinu do ampulky a vstupní kapiláru opatrně zatavit. Tímto způsobem je látka izolována od přímého vzduchu a lze jí dlouhodobě přechovávat např. v lednici.



8. Chromatografické metody

8.1 Identifikace látek pomocí plynové chromatografie

Jak již bylo zmíněno v kapitole 4, při plynové chromatografii se analyzovaná látka rozděluje mezi zakotvenou kapalnou fázi nanesenou na velkém povrchu inertního nosiče a proud nosného plynu, který tvoří mobilní fázi. Rovnovážný poměr koncentrací látky v mobilní a stacionární fázi při určité teplotě je dán rozdělovacím koeficientem, což je pro danou látku charakteristická konstanta. Měřená veličina, eluční čas, je dán kromě rozdělovacího koeficientu také chromatografickými podmínkami (teplotou kolony, průtokem nosného plynu apod.). Za daných podmínek je pro danou látku charakteristický, čehož lze využít pro identifikaci látky. Prakticky však lze pomocí plynové chromatografie identifikovat látku pouze v případě, že máme k dispozici její autentický standard. V posluchačských laboratořích používáme plynové chromatografie ke kontrole čistoty produktů.

Provedení analýzy (podrobný návod je v laboratoři):

- Zkontrolujeme, zda jsou nastaveny správné chromatografické podmínky. Teplota kolony má být 100 °C pro produkty b.v. do 120 °C a 200 °C pro látky b.v. 120 - 220 °C za atmosférického tlaku. Mění podmínky analýzy jsou oprávněni pouze službu konající asistenti.
- Stříkačkou vypláchneme asi pětkrát analyzovaným vzorkem, nabereme 0,5 - 1 µl kapaliny s vzorkem nastříkáme přes septum do plynového chromatografu. Při manipulaci se stříkačkou je třeba postupovat opatrně a nenásilně, aby nedošlo k poškození jemného pístu stříkačky. Při nastříkávání přidržíme píst šora prstem, jinak jej může přetlačit v nastříkací komůrku vymrští ven.
- Spustíme zapisovač a integrátor.
- Po skončení analýzy (10 - 15 min) zastavíme posun zapisovače a vytiskneme výsledky z integrátoru. Plochy chromatografických vln (píků) jsou přibližně úměrné hmotnostnímu zastoupení příslušných látek.
- Stříkačkou vypláchneme několikrát (desetkrát) k tomu určeným rozpouštědlem (acetonem a uložíme do pouzdra. Nesušíme vakuem!

Získaný chromatografický záznam je důležitou součástí protokolu. Obsahuje jednotlivé chromatografické vlny, které přísluší rozděleným složkám analyzované směsi. Plocha chromatografické vlny (píky) je přibližně přímo úměrná hmotnosti nastříkané látky. Na chromatografickém záznamu musí být vyznačen start, dále analyzovaný preparát, případně stručné údaje o podmínkách analýzy (nastříkané množství látky, typ kolony, teploty kolony a nástriku, tlak nosného plynu na vstupu do kolony). Výpis z integrátoru obsahuje eluční časy jednotlivých píků a jejich plochy v absolutním a relativním vyjádření (%).

8.2 Identifikace látek pomocí chromatografie na tenké vrstvě

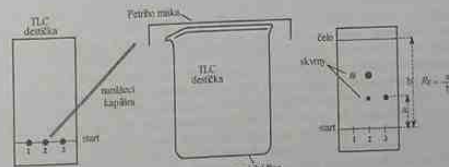
Chromatografie na tenké vrstvě je jednoduchou chromatografickou metodou, nenáročnou na přístrojové vybavení, která umožňuje separovat směsi látek na základě jejich rozdílné afinity k pevnému sorbentu (stacionární fáze) a k elučnímu činidlu (mobilní fáze). V organické chemii používáme tuto metodu na sledování průběhu reakcí a na kontrolu čistoty produktů. Vrstva pevného sorbentu (nejčastěji silikagel) je nanesen na skleněnou, hliníkovou

nebo plastovou destičku. Na něj se nanese roztok analyzované látky a nechá se eluovat vhodným rozpouštědlem nebo směsí rozpouštědel (mobilní fázi). Mobilní fáze vzrůstá nahoru a unáší s sebou analyzované látky. Analyzovaná látka postupuje s mobilní fází tím rychleji a tím dál od startu, čím je slaběji vázána na povrch sorbentu a čím větší afinitu má k mobilní fázi. Poměr vzdálenosti středu skvrny od startu k poměru vzdálenosti čela mobilní fáze od startu (obr. 30) se označuje R_f a je charakteristickou veličinou pro danou látku za daných chromatografických podmínek. Po skončení eluce se sorbent vysuší a skvrny jednotlivých složek analyzované směsi se detekují. Pokud látky absorbují v UV oblasti, je nejjednodušším způsobem detekce pomocí zhašení fluorescence vhodného indikátoru. Komerční tenké vrstvy již obsahují fluorescenční indikátory. Pokud je na takové tenké vrstvě látka absorbující při příslušné vlnové délce, projeví se pod UV lampou jako temná skvrna. Povrch destičky s indikátorem bez přítomnosti absorbující látky fluoreskuje, v místě, kde je absorbující skvrna, je fluorescence zhašena. Kromě detekce UV světlem existuje řada detekčních metod založených na reaktivitě analyzovaných látek (např. reakce s parami jodu, karbonizace pomocí silné anorganické kyseliny).

V posluchačských laboratořích z organické chemie používáme tenké vrstvy ke kontrole čistoty některých produktů a ke sledování průběhu sloupcové chromatografie. Chromatografie na tenké vrstvě může sloužit k identifikaci látek na základě charakteristické veličiny, tedy na základě R_f . Podobně jako u plynové chromatografie je to však možné pouze v případě, že máme pro srovnání k dispozici autentický vzorek dané látky. I v tomto případě je však třeba dosáhnout shodného R_f se standardem alespoň ve třech různých soustavách (mobilních fázích).

Provedení analýzy (obr. 30):

- Na tenké vrstvě silikagelu označíme měkkou tužkou linii startu asi 1,5 cm od spodního okraje. Na této linii vyznačíme tužkou body nejméně 1,5 cm od krajů desky a 1 cm od sebe navzájem.
- Krystálek tuhého nebo kapku kapalného vzorku rozpustíme asi v 0,3 ml vhodného rozpouštědla (např. ethanolu) a pomocí kapiláry naneseme tento roztok na předem označené body na tenké vrstvě. Nanašíme tak, aby kapalina tvořila na startu kruhy o průměru 1 - 3 mm. Při opakování nanášení na stejné místo je nutno vždy počkat, než se nanesené rozpouštědlo odpaří.
- Tenkou vrstvou s nanesenými vzorky přeneseme do kádinky, na jejíž dno jsme nalili mobilní fázi. Jednotlivé složky mobilní fáze musí být dokonale promíchány. Kapalina v kádince nesmí sahát k linii startu. Kádinku přikryjeme hodinovým sklem nebo Petriho miskou a necháme mobilní fázi vzrstat nahoru, až dosáhne vzdálenosti asi 1 cm od horního okraje destičky.



Obr. 30. Chromatografie na tenké vrstvě

- Destičku syndáme z kádinky, tužkou vyznačíme, kam doputovalo čelo mobilní fáze a rozpouštědla necháme v digestoři odparit.
- Vyvolanou destičku prohlédneme pod UV lampou při 254 nm a tužkou označíme tmavé skvrny analyzovaných látek.
- Změříme hodnoty R_f jako podíl vzdálenosti středu skvrny od startu a čela rozpouštědla od startu.

8.3 Sloupcová chromatografie

Adsorpční chromatografie, nejstarší z chromatografických metod, je vhodná převážně pro dělení látek střední molekulové hmotnosti, a to látek od nepolárních až po polární bez ohledu na jejich rozpustnost v běžných rozpouštědlech. Vedle krystalizace a vakuové destilace je tato metoda pro látky střední molekulové hmotnosti jednou z nejdůležitějších separačních metod.

Při dělení směsí látek adsorpční chromatografií se využívá rozdílů v distribučních konstantách jednotlivých složek směsi. Tím dochází k rozdělení složek mezi stacionární fázi (adsorbentem) a kapalnou mobilní fázi (tyto dvě fáze jsou vzájemně nemísitelné). Způsob a síla adsorpce značně závisí na povaze adsorbentu, na chemickém složení adsorbované látky a také na vlastnostech mobilní fáze. Struktura, velikost a tvar částic adsorbentu jsou základními faktory ovlivňujícími vlastnosti chromatografického systému. Velikost částic bývá uváděna v anglosaských jednotkách (mesh). Mezi nejčastěji používané adsorbenty patří silikagel a oxid hlinitý. Při použití polárních adsorbentů záleží hlavně na počtu a charakteru polárních funkčních skupin v molekule adsorbované látky. V následující řadě jsou orientace seřazeny některé funkční skupiny podle stoupající adsorpční schopnosti na silikagelu: CH_2 , $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}=\text{CH}_2$, $-\text{S}-\text{R}$, $-\text{O}-\text{R}$, $-\text{NO}_2$, $-\text{NH}_2$, $-\text{COOR}$, $-\text{CHO}$, $-\text{COR}$, $-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$, $-\text{COOH}$.

Adsorpční materiály a mobilní fáze

Silikagel (silicagel, silica, Kieselgel) je dnes nepoužívanější polární adsorbent. Jeho hlavní předností je značná inertnost, velká adsorpční kapacita, snadná příprava různých typů, možnost modifikace povrchu. Silikagel je vhodný pro dělení většiny látek, avšak vzhledem k svému slabě kyselému povrchu (pH 3 až 5) se nehodí pro dělení silně bazických látek, které jsou na něm chemicky vázány. Dnes je obchodně dostupná široká škála silikagelů, mnohdy značně rozdílných vlastností a s různými možnostmi použití. Oxid hlinitý (alumina) je po silikagelu nejvíce používaný adsorbent. Má velkou adsorpční kapacitu a snadno se připravuje v různých druzích. Obchodně je dodáván jako alkalický, neutrální a kyselý.

Rozpouštědla nepolárního charakteru (hexan, petrolether, ...) jsou obecně slabé eluenty proti rozpouštědlům polárním (alkoholy, kyseliny, ...), která se vyznačují silnou eluční schopností. Soubor rozpouštědel o rostoucí eluční schopnosti se nazývá eluotopní řada. Běžně používaná rozpouštědla v této řadě při chromatografii na silikagelu jsou: hexan, petrolether, cyklohexan, toluen, diethylether, chloroform, dichlormethan, 1,2-dichlorethan, aceton, ethyl-acetát, pyridin, propanol, ethanol, methanol, kyselina octová, voda.

Eluční schopnost rozpouštědel je pro různé adsorbenty různá, a proto se musí při volbě separace látek sloupcovou chromatografií nejdříve zvolit podle povahy chromatografovaných látek adsorpční materiál a následně eluční rozpouštědlo nebo směs rozpouštědel. Volba vhodného systému rozpouštědel patří k nejdůležitějším problémům při chromatografii.

Při nutnosti izolovat jednotlivé čisté látky ze směsi je při rozhodování o použití metodice důležité množství dělené směsi. Pro velmi malá (cca do 100 mg) množství je možno

použít preparativní tenkovrstvou chromatografií, popř. preparativní vysokotlakou kapalinovou chromatografií. Pro větší množství používáme pak sloupcovou chromatografií.

Při preparativní sloupcové chromatografii nejdříve zvolíme typ adsorbentu (silikagel, oxid hlinitý), rozměry částic a typ kolony. Pro výběr kolony pak zohledňujeme snadnost dělení jednotlivých částic látek (rozdíl v hodnotách R_f). Pro látky snadno dělitelné (velké rozdíly v hodnotách R_f) můžeme použít silikagel hrubozrnější (0,063 až 0,200 mm) v množství 10 až 30 násobek hmotnostního množství na množství dělené směsi. Chromatografické kolony mohou být v tomto případě širší s kratším sloupcem adsorbentu. V opačném případě volíme kolony užší a vyšší a také množství adsorbentu vzhledem k chromatografované směsi větší (50 až 200 násobek).

Plnění kolony

Pro plnění kolony adsorbentu byla navržena řada metod, od plnění kolony za sucha až k plnění kolony suspenzí adsorbentu za tlaku. Běžně používané plnění u sloupcových chromatografií je plnění kolony suspenzí adsorbentu za normálního tlaku. Adsorbent se za neustálého míchání suspenzí ve co nejmenším množství eluentu (suspenze musí být stejnoměrná bez shluků), vlije do kolony, v níž je nalito malé množství eluentu a sloupec se nechá sedimentovat za neustálého protáčení eluentu sloupcem adsorbentu (kohout kolony musí být otevřen). Sedimentaci ukončíme v momentu, kdy je sloupec adsorbentu usazen (délka sloupcu adsorbentu se již nezmenšuje) a eluent je přesně vsáknut do sloupcu. *Sloupec adsorbentu v koloně by neměl nikdy vyschnout.*

Příprava vzorku a jeho nanesení na kolonu

Vysušený a zvážený vzorek se rozpustí v co nejmenším množství eluentu (používaného na začátku chromatografie) a pipetou nebo injekční stříkačkou jej optimě vpravíme na počátek chromatografického sloupcu (pozor nesmí dojít ke zvržení sloupcu adsorbentu, tomuto zabráníme poklad na povrch sloupcu vložíme kolečko z filtračního papíru). Nádobku od vzorku promyjeme malým množstvím eluentu a obdobně vpravíme na sloupec adsorbentu. Po dokonalém vsáknutí vzorku do kolony naneseme 1 až 2x 2 ml eluentu a necháme vždy vsáknout. Pak můžeme nad sloupec opět nánést eluční roztok a začít chromatografovat.

Vzorek, který je ve vybraném elučním rozpouštědle nerozpustný nebo jen málo rozpustný, rozpustíme v tékavém rozpouštědle (etheru, dichlormethanu, ethyl-acetátu, ...) a smísíme jej s pětinásobným množstvím adsorbentu (vztaheno na hmotnost vzorku) shodné kvality s adsorbentem na koloně. Po odparení rozpouštědla in rotační vakuové odparce za použití speciálního návěstve se vzorek nvázaný na adsorbent v spýčce formě opět naneseme na počátek kolony s ušedým adsorbentem, převrství se vrstvou čistého močkáho písku a opět se zalije elučním rozpouštědlem. Po odstátní vzduchových bublin mřítmým poklepáním gumovou hadičkou na sloupec se může začít s chromatografií.

Chromatografické dělení a vyhodnocování výsledků

Celé chromatografické dělení provádíme zvoleným rozpouštědlem nebo směsí rozpouštědel. Další variantou chromatografie je gradientní eluce nebo stupňovitá eluce. Při nich se postupně zvyšuje eluční schopnost rozpouštědla přidáváním polárnější složky. V každém z výše uvedených druhů chromatografie eluční systém používáme tak dlouho, až z kolony nevyčáší žádná látka a z kolony jsou vymyty všechny látky z původního vzorku. Z kolony nevyčáší žádná látka a z kolony jsou vymyty všechny látky z původního vzorku. Z kolony nevyčáší žádná látka a z kolony jsou vymyty všechny látky z původního vzorku. Z kolony nevyčáší žádná látka a z kolony jsou vymyty všechny látky z původního vzorku. Z kolony nevyčáší žádná látka a z kolony jsou vymyty všechny látky z původního vzorku.

obsahující stejné látky se spojují a z takto spojených frakcí se odstraní rozpouštědla na rotační vakuové odpare.

O každé chromatografické separaci se vede laboratorní protokol, obsahující všechny důležité údaje, tj. hmotnost vzorku, vnitřní průměr a délku kolony, druh adsorbentu, jeho hmotnost a velikost částic. Dale uvádíme použitá rozpouštědla, druh eluce, počet frakcí a jejich velikost, hmotnosti jednotlivých spojených frakcí, jejich barvu a jejich následné dočištění krystalizací, popř. destilací, výtěžek jednotlivých čistých látek apod.



Seznam doporučené literatury:

1. Leonard J., Lygo B., Procter G.: *Advanced Practical Organic Chemistry*, 2nd ed., Blackie Academic & Professional, London 1995.
2. *Methodika práce v organické laboratoři* (P. Drašar, Ed.), ČSVTS ÚOCHB, Praha 1986.
3. Vořešal M., Panchartek J.: *Laboratorní příručka organické chemie*, SNTL, Praha 1987.
4. Černý J. a spol.: *Organická syntéza*. Organikum, Academia, Praha 1971.
5. Kvičala J.: *Laboratorní technika organické chemie*, skripta VŠCHT, Praha 1998.
6. Furniss B. S., Hannaford A. J., Smith P. W. G., Tatchell A. R.: *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman Scientific & Technical, London 1991.
7. Harwood L. M., Moody C. J.: *Experimental Organic Chemistry*, Blackwell Scientific Publications, Oxford 1989.



..... a na závěr:

Několik rad studentů 2. ročníku FCHT, kteří v letním semestru r. 2000 laboratorně právě dokončili:

- Je důležité domluvit se s kolegou, který pracuje s Vámi na stole, jaké nádoby budete potřebovat a sčas zapůjčit další potřebné kusy u laborantky.
- Chemikálie ve výdejně se fasují pouze omezenou dobu dopoledne.
- Do protokolu se píše vše, i chybné provedení reakce, rozliti či zničení produktu.
- Produkt se dává do dokonale čisté a suché prachovnice nebo reagenční lahvičky, jinak se zbytečně znehodnotí celá práce.
- Dělicí nálevka se dává do sušárny bez kohoutu, zapekl by se.
- Do sušárny se dává pouze nádoby umyté vodou, ne ethanolem.
- Aparatura se staví z naprosto suchého a čistého nádobí.
- Je nutné dobře namazat zábrus, protože se lehee zapéče.
- Jestliže se zapomene do baňky vložit varný kámenek, musí se počkat, až látka vychladne a teprve poté se může kámenek přidat. Jinak může kapalina vyběhnout.
- Když se uhlazuje varný kámenek z porézní dlaždice, je dobré dávat pozor na ruce.
- Voda do chladiče se pouští opatrně, protože větším proudem může gumová či PVC hadice snadno sklouznout.
- Do vodní i olejové lázně patří teploměr.
- Nepotřebné nádoby se sklízí ze stolu nebo se snadno rozbije.
- Než se opustí laboratoř, je nutné vyndat vlastní nádoby ze sušárny.
- Nevylévejte předčasně druhou vrstvu při vytřepávání, často vyhodíte produkt.

A ještě několik rad laborantek, které již pár turnusů posluchačských laboratorně odsloužily a mají tedy své zkušenosti:



- Suchý aceton není pevná látka.
- Do 100 ml lahvičky se těžko vejde 120 ml rozpouštědla.
- Potasá a sodu jsou stále ještě používané názvy pro uhličitán draselný a uhličitán sodný.
- Zátky do reagenčních lahví se tukem na zábrusu nenatírají.
- Pojem „ledová kyselina octová“ neznamená, že je kyselina octová vychlazená ledem.

CO JE, DÍTĚ NA DVERECH
SE PÍČE
"YSTUP SEN V BRÁČKÁCH!"



Název	Laboratoř organické chemie
Autor	Ing. Alexandra Šubánková, CSc., a kol.
Vyšlo	v roce 2000
Stran	58
Obrázků	30
Náklad	1000 výtisků
Vydavatel	Vysoká škola chemicko-technologická v Praze
Vydání	první
Číslo publikace	06-279-2/00
Tisk	FIRMA - JK
AAVA	5,97/6,30

Publikace prošla odborným posouzením.

ISBN 80-7080-395-9