

Západočeská univerzita v Plzni

Fakulta pedagogická

Diplomová práce

Ozon, jeho vlastnosti a technické aplikace

Bc. Lukáš Vála

Plzeň 2017

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta pedagogická

Akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Lukáš VÁLA**

Osobní číslo: **P15N0144P**

Studijní program: **N7503 Učitelství pro základní školy**

Studijní obory: **Učitelství chemie pro základní školy**

Učitelství matematiky pro základní školy

Název tématu: **Ozon, jeho vlastnosti a technické aplikace**

Zadávací katedra: **Katedra chemie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Nastudovat obecnou problematiku vlastností, výskytu a získávání ozonu.
2. Zaměřit se na význam ozonu pro studium struktury a přípravu některých organických sloučenin.
3. Zaměřit se na využití ozonu v technické praxi (výroba významných sloučenin, využití dezinfekčních vlastností ve vodárenství a porovnat je s dalšími dosud využívanými metodami).
4. Uplatnění problematiky ve výuce chemie.

Rozsah grafických prací:

Rozsah kvalifikační práce: 40 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná

Seznam odborné literatury:

Greenwood N. N., Earnshaw A.: Chemie prvků. Informatorium, Praha 1993.

Časopis Chemické listy - od roku 1990.

Časopis Journal of Chemical Education - od roku 1990.

Středoškolské učebnice chemie.

Vedoucí diplomové práce: Doc. Mgr. Václav Richtř, CSc.

Katedra chemie

Datum zadání diplomové práce: 15. března 2016

Termín odevzdání diplomové práce: 30. června 2017


RNDr. Miroslav Randa, Ph.D.
děkan




Doc. Mgr. Václav Richtř, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. března 2016

Prohlašuji, že jsem práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a zdrojů informací.

V Plzni dne 29.6.2017

.....

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval doc. Mgr. Václavu Richtrovi CSc. Za jeho odborné vedení, trpělivost a ochotu, které mi poskytoval při práci v laboratoři a při psaní této práce.

Mé poděkování také patří Ing. Tomáši Křenkovi Ph.D., za odborné rady a pomoc při práci v kapitole 2.4 a také zaměstnancům Plzeňské vodárny a.s..

Obsah

1	Úvod	1
2	Teoretická část.....	2
2.1	Ozon	2
2.1.1	Vlastnosti ozonu	2
2.1.2	Příprava ozonu.....	4
2.1.3	Výskyt ozonu.....	4
2.2	Využití ozonu	6
2.2.1	Ozonolýza.....	6
2.2.2.1	Pomocné metody pro přípravu organických látek ozonolýzou – analytická a preparativní chromatografie	7
2.2.2	Úprava kvality vody a vzduchu.....	9
2.2.3	Další využití ozonu.....	11
2.3	Úprava vody pomocí ozonu	12
2.3.1	Konstrukce a technické parametry generátoru ozonu	12
2.3.2	Úprava vody před a po ozonizaci	16
2.3.3	Možné vedlejší produkty ozonizace vody	17
2.4	Další metody úpravy vody a její specifika	21
2.4.1	Metody pro přípravu katalyzátorů pro degradaci antibiotik.....	21
2.4.2	Spektrofotometrické měření aktivity katalyzátorů	21
2.4.3	Testování deponovaných filmů spinelů na hladkém tantalovém povrchu.....	23
3	Praktická část.....	25
3.1	Analytická TLC a její detekce	25
3.2	Příprava norketonu	26
3.2.1	Ozonizace betulin-diacetátu	26
3.2.2	Redukce ozonidu a jeho následná úprava	27
3.2.3	Čištění norketonu pomocí preparativní tenkovrstvé chromatografie.	28
4.	Didaktická část.....	35
4.1	Možnosti využití ozonu ve výuce	35

4.2	Problematika ozonu v souvislosti s tématy chemie.....	38
4.3	Zařazení problematiky laboratorních cvičení z organické chemie	39
5	Závěr.....	41
6	Seznam literatury.....	42
7	Resume	44
	Seznam tabulek:	45
	Seznam obrázků.....	46
	Seznam používaných zkratk:.....	48
	Přílohy.....	50

1 Úvod

Ozon je v dnešní době velmi diskutovaným tématem. Ať už se jedná o souvislosti s životním prostředím nebo jeho technické využití.

Tato diplomová práce se zabývá vlastnostmi, přípravou a možnostmi využití ozonu v různých procesech, jako jsou úpravy vody a vzduchu, čištění textilií, lékařství a další. V případě využití a výrobě ozonu ve vodárenství je čerpáno z konkrétní technologie používané Vodárnou Plzeň a.s.. Dále jsou v práci nastíněny nové možnosti úpravy vody, které popisují degradaci rezistentních antibiotik

Ozon je také možné využít při přeměně organických látek obsahujících dvojnou vazbu. Přeměna je uskutečněna pomocí ozonolýzy, kdy právě dvojnou vazbu nahradí karbonylová skupina. V praktické části této práce je popsána ozonolýza betulindiacetátu a proces jeho čištění na požadovanou kvalitu.

Přeměna betulindiacetátu byla zvolena proto, že na katedře chemie FPE ZČU v Plzni je tato látka běžně k dispozici a získávána již historicky v rámci výzkumných programů katedry a užívána k výzkumným účelům. Protože v experimentální výuce organické chemie je snaha o minimalizaci množství používaných chemikálií, je součástí práce zpracování postupu tak, aby byl využitelný k rozšíření sortimentu prací zařazovaných cvičení.

2 Teoretická část

Tato část práce je věnována ozonu, jeho vlastnostem, využití při reakcích s organickými látkami cílených na přípravu nových produktů nebo reakcím způsobujícím degradaci takovýchto látek. Jako konkrétní využití je uvedeno použití ozonu k desinfekci vody v Plzeňské úpravně vod. V další části kapitoly je uváděna příprava a testování nových látek (katalyzátorů), které mají podobné vlastnosti jako ozon, avšak jsou selektivnější na cílenou látku podléhající degradaci.

2.1 Ozon

2.1.1 Vlastnosti ozonu

Namodralý plyn ozon O_3 je alotropickou modifikací kyslíku O_2 , jehož některé základní vlastnosti^{1,2} jsou uvedeny v tabulce 1.

Ozon dostal své jméno již v roce 1840. Své pojmenování získal díky svému zápachu (ozein = páchnouti), který byl pozorovatelný na místech (v místnostech), kde byla v činnosti indukční elektrika nebo jiskrový induktor. Vědec, který jej pojmenoval C. F. Schönbein, zjistil jeho vznik, když zředěnou kyselinu sírovou podrobil elektrolýze³.

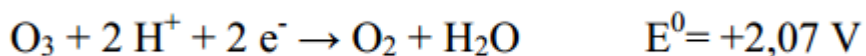
Jedná se o velmi nestálý diamagnetický plyn, který je člověk schopen detekovat (čichem) již při koncentraci 0,01 ppm. Maximální koncentrace, která je povolena jako hranice, kdy ozon nepůsobí dráždivě při dlouhodobé expozici je 0,1 ppm⁴.

Kapalný ozon je libovolně mísitelný s methanem, oxidem uhelnatým, fluorem a jeho sloučeninami (CCl_2F_2 , $CClF_3$, NF_3 , OF_2), ale s kapalným argonem, dusíkem, kyslíkem a tetrafluormethanem tvoří dvě vrstvy⁴.

Čistý ozon je možné získat zkapalněním směsi ozonu s kyslíku, právě díky tomu že tvoří dvě vrstvy. V kapalném stavu je ozon zbarven tmavě modře až černě³.

„Mikrovlátná a elektronová difrakce ukazuje, že molekula ozonu je angulární. Molekula je tvořena dvěma vazbami σ a delokalizovanými elektrony π rozprostřenými přes všechny atomy. Každý atom kyslíku lze zhruba považovat za atom s hybridními orbitaly sp^2 .“⁵ Středový atom má jeden elektronový pár a koncové atomy mají dva páry.

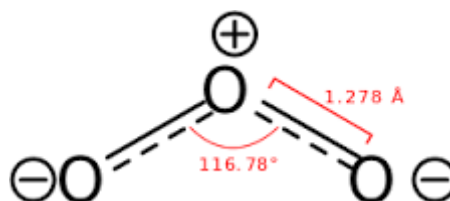
Ozon má vysoký redoxní potenciál (větší potenciál má pouze fluor; atomární kyslík a OF_2)⁵.



Obr.1: Rovnice rozkladu ozonu v kyselém prostředí⁵.

Tabulka 1: Základní vlastnosti ozonu^{1,2}

Veličina		Jednotka	Hodnota pro ozon
M_r	Relativní molekulová hmotnost	-	48,00
ρ	Hustota	g/dm^3 (při tlaku 101,325 kPa, teplotě 0°C)	2,144
t_t	Teplota tání	$^\circ\text{C}$ (při tlaku 101,325 kPa)	-192,7
t_v	Teplota varu	$^\circ\text{C}$ (při tlaku 101,325 kPa)	-111,9
t_{kr}	Kritická teplota	$^\circ\text{C}$	-12,10
p_{kr}	Kritický tlak	MPa	5,53
P_{kr}	Kritická hustota	g/cm^3	0,537
C_p°	Standardní molární tepelná kapacita při konstantním tlaku	J/mol.K	39,25
S°	Standardní molární entropie	J/mol.K	238,8
ΔH°	Standardní molární slučovací teplo	kJ/mol	142,3
ΔG°	Standardní molární slučovací Gibbsova energie	kJ/mol	162,7
ΔH_t	Molární teplo tání	kJ/mol	2,1
ΔH_{vyp}	Molární výparné teplo	kJ/mol	15,19
ϵ_r	Relativní permitivita	(teplota 0°C)	1,00190
p	Tlak nasycených par	kPa (při teplotě $-172,1^\circ\text{C}$)	0,13332
s	Rozpustnost ve vodě	ml plynu/100g (při 0°C)	49,4



Obr.2: **Tvar molekuly ozonu** – na obrázku je uvedena vzdálenost atomů a úhel mezi vazbami⁵

2.1.2 Příprava ozonu

Ozon lze připravit působením tichého výboje na kyslík nebo vzduch. Lze ho také připravit i dalšími způsoby uvedenými v následujících bodech^{3,4,5}.

- elektrolýzou zředěného roztoku H_2SO_4 (SCHÖNBEIN)
- elektrolýzou HClO_4 při 220 K, která probíhá mezi platinovou anodou (kde dochází k anodaci vody) a olověnou katodou.
- pomalou oxidací bílého fosforu na vzduchu
- rozkladem bohatých látek na kyslík – manganistany, dichromany
- působením fluoru na vodu
- UV zářením – $\lambda < 242 \text{ nm}$

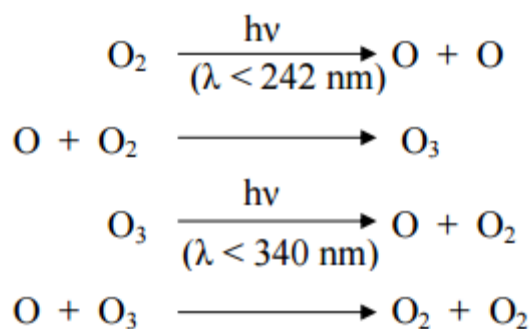
2.1.3 Výskyt ozonu

V naší atmosféře lze rozlišovat dva druhy ozonu v závislosti na jejich výskytu. Stratosférický ozon nacházející se ve výšce 20-30 km od povrchu země a troposférický ozon, který se vyskytuje ve výšce do 12 až 14 km⁴.

Ozonovou vrstvou rozumíme část stratosféry v nadmořské výšce 20-30 km, ve které je koncentrace ozonu nejvyšší⁶.

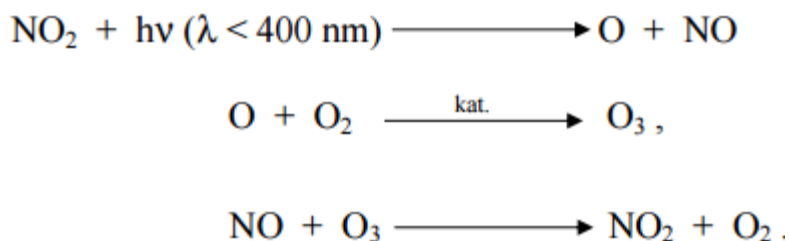
V této vrstvě nás ozon chrání před škodlivým UV zářením $\lambda < 340 \text{ nm}$. Působení krátkovlnného záření o vlnové délce $\lambda < 242 \text{ nm}$ a působení dlouhovlnného záření $\lambda < 340 \text{ nm}$ za normálních podmínek zajišťuje rovnováhu vniku ozonu⁴.

Pro vyjádření množství ozonu v ozonové vrstvě se používají Dobsonovy jednotky (DU). Jedna DU odpovídá vrstvě silné 0,01 mm za standardních podmínek (0°C, tlaku 1013 kPa). Pokud je vrstva silná například 400 DU, znamená to, že kdyby se tato vrstva nacházela na úrovni moře za dané teploty, byla by 4 mm silná⁷.



Obr.3: Schéma rovnováhy vzniku a rozpadu ozonu⁴

V troposféře se můžeme setkat s výskytem ozonu různého původu. Buďto se stratosférickým ozonem, který je do troposféry nesen cirkulací vzduchu, a nebo je jeho výskyt iniciován fotochemickou reakcí, kterou jiné látky v prostředí katalyzují⁴. Reakce jsou uvedeny na obrázku 4.

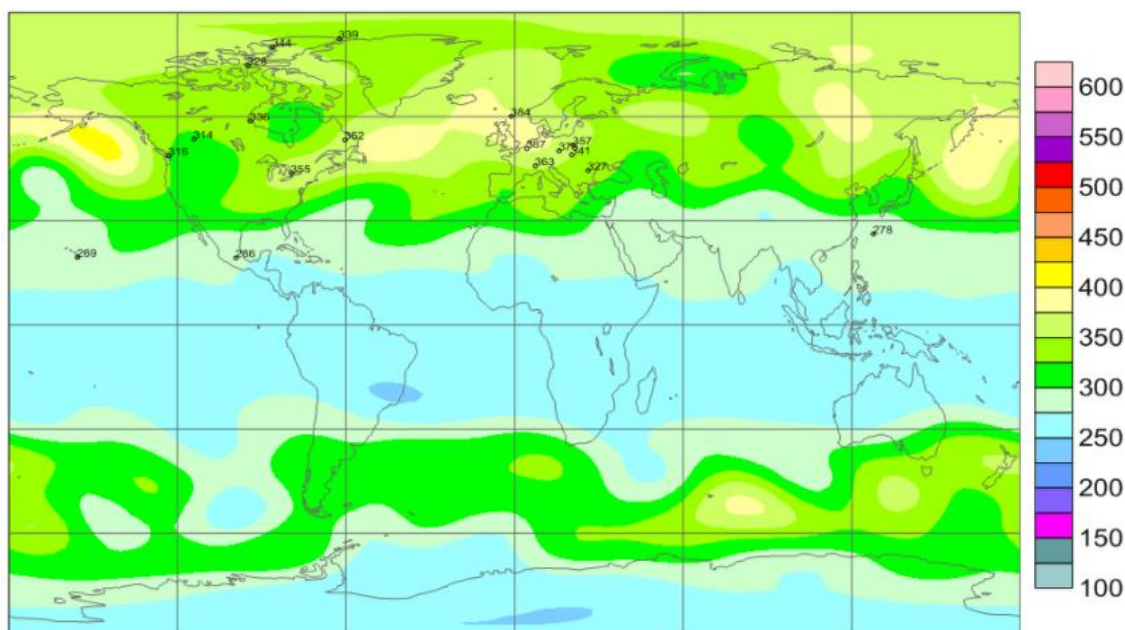


Obr.4: Reakce při kterých vzniká a zaniká ozon v troposféře⁴

Ke kumulaci přízemního ozonu dochází v případě, jakmile se v prostředí nacházejí radikály těkavých organických látek (VOC), tedy látek, které s oxidem dusnatým reagují dříve než ozon. Zvýšená koncentrace ozonu je potom důsledkem takovýchto reakcí. Těkavé organické látky jsou produktem automobilové dopravy, průmyslové výroby atd.. Nejčastěji je tedy detekovatelný přízemní ozon ve městech⁶.

Oxidy dusíku se souhrnně označují jako NO_x a jsou prekursori výskytu přízemního ozonu⁶.

Sledování jak přízemního ozonu nebo ozonové vrstvy v ČR je možné sledovat každý den na stránkách ČHMÚ.



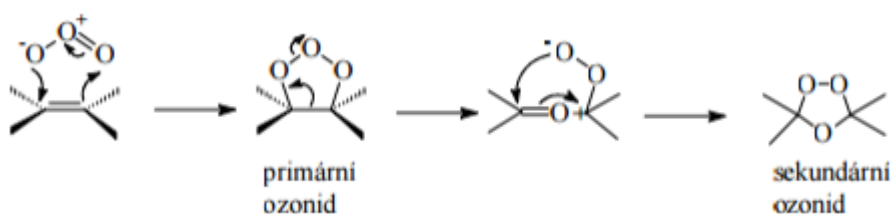
Obr.5: Stav ozonové vrstvy ke dni 7.6.2017 (stupnice je uváděna v jednotkách DU)⁸

2.2 Využití ozonu

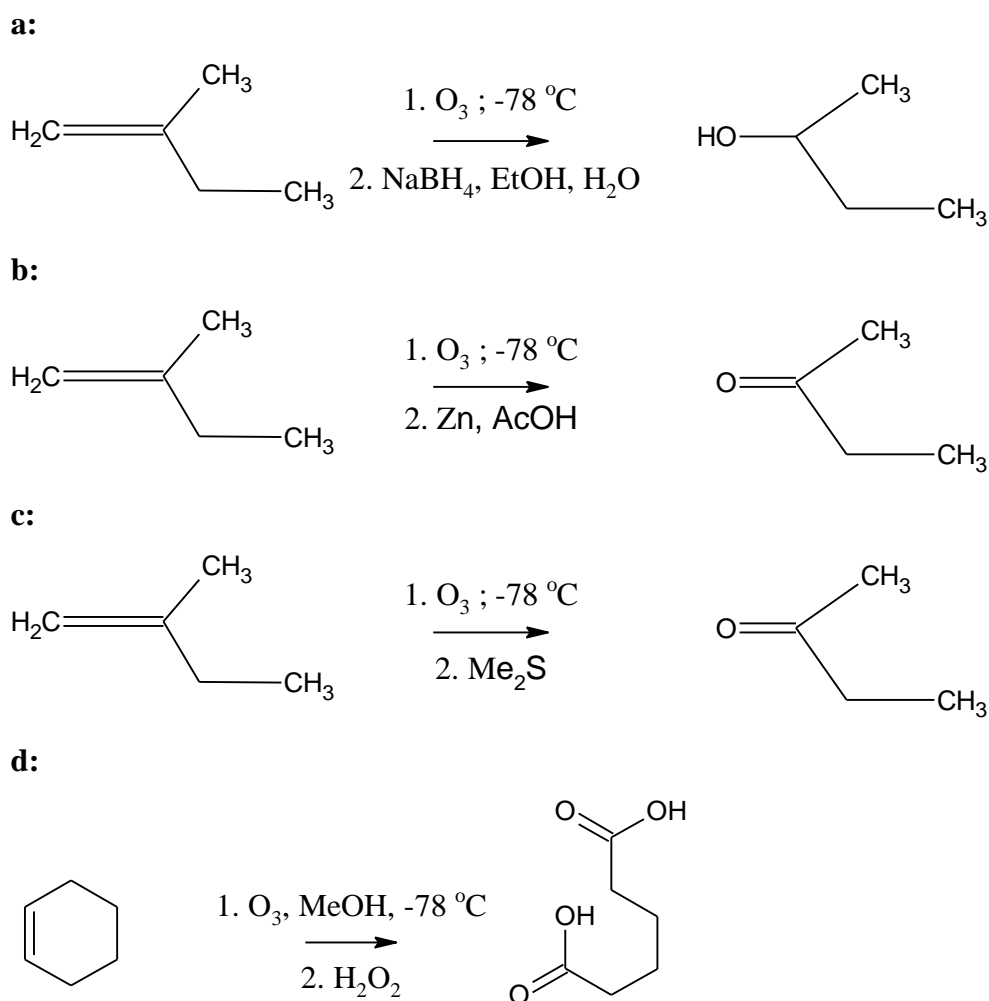
2.2.1 Ozonolýza

Příkladem důležité chemoselektivní metody je ozonolýza. Jedná se o 1-3 dipolární cykloadici, která je schopna štěpit dvojně vazby. Reakce musí probíhat za stálého chlazení, neboť ozonidy mající peroxidovou strukturu jsou nestálé a výbušné. Proto je nutné po dokončení ozonizace, přistoupit k redukci nebo oxidaci ozonidu. Vhodnou volbou redukčního/oxidačního činidla lze dosáhnout přípravy více produktů. Například vystavení ozonidu méně oxidačnímu prostředí má za následek vytvoření karboxylové skupiny nebo vystavení ozonidu méně redukčnímu prostředí vede na vytvoření karbonylové skupiny⁹.

Pokud je ozonid vystaven silně redukčnímu činidlu, je dále redukován až na alkohol¹⁰.



Obr.6: Princip ozonolýzy⁹



Obr.7: Příklady ozonolýzy s různými reakčními podmínkami a tvorbou produktů¹⁰

2.2.2.1 Pomocné metody pro přípravu organických látek ozonolýzou – analytická a preparativní chromatografie

Již v roce 1901 M.S. Cvět poprvé použil chromatografii, když zkoumal absorpci barev. Dva roky na to se chromatografie stala samostatným vědním oborem. Přestože by název mohl napovídat, že se chromatografie zbývá pouze identifikací barevných látek, není tomu tak¹¹.

Chromatografické metody jsou založeny na využití dvou fází: stacionární (nepohyblivou), tvořenou pevnou nebo kapalnou látkou a mobilní fází, tvořenou kapalinou nebo plynem¹².

Chromatografické metody lze dále dělit podle různých kritérií. Jedním z nich je například na plynovou nebo kapalinovou chromatografii, kde záleží na volbě mobilní fáze. Podle uspořádání stacionární fáze rozdělujeme chromatografii na sloupcovou a

plošnou. Rozdělení a jejich kritérií existuje celá řada, další z nich lze nalézt v literatuře¹³.

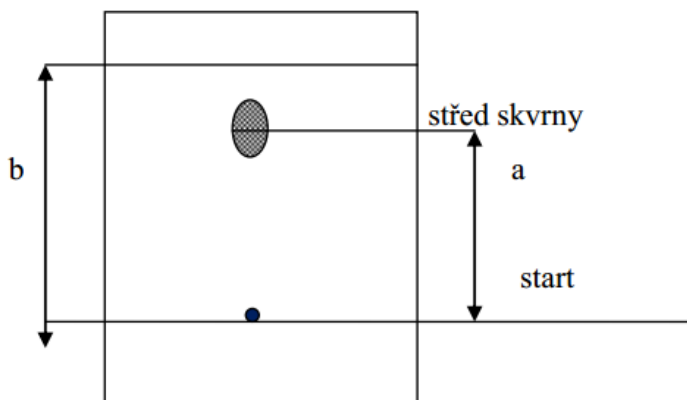
Charakteristikou tenkovrstvých chromatografií je rozdělování částí směsi a to v závislosti na volbě rozpouštědla (jeho polaritě), sorbentu a další¹¹.

Jako stacionární fázi je možné použít dvě obdoby – sypaný sorbent nebo fixované vrstvy. Převahu mají v současnosti fixní vrstvy a to hlavně pro jejich dobrou manipulaci a dostatečně detekovatelnými výsledky, protože sypaný sorbent má špatnou dělicí schopnost. Fixní vrstvy mohou být ve více variantách např.: sádra, škrob nebo silikagelové a celulosové vrstvy¹¹.

Vyhodnocování výsledků je podmíněno vhodnou volbou rozpouštědla. Pro toto vyhodnocení se využívá tzv. retardační faktor (R_f), který je dán poměrem mezi vzdáleností startu a skvrny (a) ku vzdálenosti čela vyvzlínaných rozpouštědel od startu.

$$R_f = \frac{a}{b}$$

Vzorec pro výpočet retardačního faktoru¹¹



Obr.8: Ukázkový chromatogram se znázorněnými neznámými pro výpočet R_f ¹¹

Retardační faktor je bezrozměrná veličina nabývající hodnot v intervalu $< 0;1 >$. V případě, že se při měření rovná R_f nule, je vhodné upravit poměr rozpouštědel ve prospěch polárnější složce směsi. Tím lze ovlivňovat tvar a vzdálenost skvrny od startu. Závislost adsorpce na polaritě rozpouštědla chromatografií organických látek, lze vyjádřit sestupnou řadou: $R-SO_3$, $R-COOH$, $R-CONH_2$, $R-OH$, $R-NH_2$, $R-COOCH_3$, R_1-NH-R_2 , $R-NO_2$, $R-OCH_3$, $R-Cl$ a $R-H$ ¹¹. Adsorpční pevnost závisí také na volbě rozpouštědla, protože se na povrch sorbentu váží i molekuly rozpouštědla. Čím více je polárnější než látka, tím spíše vytěsňuje látku z místa adsorpce. Seřazením rozpouštědel

sestupně podle míry relativní permitivity vznikne tzv. eluotropická řada: voda, methanol, ethanol, propan-1-ol, aceton, etyl-acetát, diethylether, chloroform, benzen, toluen, chlorid uhličitý, cyklohexan, hexan¹¹.

Každá chromatografie má svá specifika a individuální potřeby. Z toho důvodu se vytvářejí směsi látek, které spolu většinou v eluotropických řadách sousedí. V některých verzích eluotropických řad se lze setkat i s výměnou nebo se zkracováním řady, jak je uvedeno v literatuře^{11,12}.

Využití tenkovrstvé chromatografie slouží nejenom pro analytické účely. Na rozdíl od analytické TLC (kde se používá silikagelová fólie o rozměrech např. 5x10 cm) se pro preparativní účely obvykle používají desky o rozměrech 20x20 cm na nichž je nanášena 3 mm silná vrstva stacionární fáze¹⁴.

Při přípravě lité vrstvy je vhodné směs (předem zjištěného poměru adsorbent : voda) vylít na střed desky a tyčinkou nebo hrdlem baňky rozprostřít směs po desce tak, aby smáčel celý povrch. Poté pro vytvoření rovnoměrné vrstvy nakláníme desku na všechny strany s poklepem na spodní stranu. Před dalším použitím je nutné desku nechat oschnout¹⁴.

Dalším rozdílem mezi analytickou TLC je v nanášení vzorku na start desky. To se provádí tak, že dávkujeme látku lineárně (rovnoběžně s okrajem desky) 2-3 mm široký proužek koncentrovaného roztoku. Pro nanášení látky lze využít injekční stříkačky nebo skleněného balonku. Po úplném vypaření rozpouštědel ze startu, je možná vložit desku do chromatografické komory. Komoru je nutné dostatečně utěsnit, aby nedocházelo k úniku par mimo komoru. Detekce a sběr látek je popsán v literatuře¹⁴ a je popsán v kapitole 3.4.

2.2.2 Úprava kvality vody a vzduchu

Standardní redoxní potenciál přibližně 2V dělá z ozonu velmi účinné oxidační činidlo. Při rozpouštění ozonu ve vodě se rychle rozkládá a vzniká molekula kyslíku O₂ a atomární kyslík, který reaguje s organickými látkami. Pokud ve vodě nejsou přítomny, slučují se atomární kyslíky na O₂. Dle literatury¹⁵ je rychlost rozpadu ozonu závislá na pH vody a teplotě. „Poločas rozpadu při pH 7,6 je 40 minut, při pH 10,4 je 0,5 minut¹⁵“.

Tabulka 2: **Závislost rozpustnosti ozonu** - [mg/l] na teplotě vody a na koncentraci ozonu v plynné fázi¹⁶

Plynný O ₃	5°C	10°C	15°C	20°C
1.5%	11.09	9.75	8.4	6.43
2.0%	14.79	11.19	11.19	8.57
3.0%	22.18	19.50	16.79	12.86

Ozon se připravuje na místě spotřeby a to v ozonizátorech fungujících na principu tichého výboje při napětí 5-40 kV. Co nejefektivnější oxidace organických látek je také závislá na rozptýlení ozonu ve vodě, protože co nejmenší rozptýlení je zárukou efektivního využití. K tomuto účelu se využívá věžová výplňová kolona v protiproudém uspořádání nebo jemnobublinná aerace. Je možné ovlivňovat několika způsoby účinnost ozonizace v podobě další úpravy a přidružené metody. Například katalýzou na bázi Raneyova niklu a dalších kovů nebo kombinací ozonizace s ultrazvukem nebo UV zářením¹⁵.

Ozonizační zařízení se vyskytují v čistírnách odpadních vod, domácích i průmyslových odpadních systémech. Své uplatnění našel ozon i při běžné úpravě vody v bazénech komerčně využívaných i domácích. Díky svým vlastnostem rozkládá organické látky, zvyšuje účinnost filtrace díky tomu, že zvyšuje flokaci organických odpadních materiálů, zajišťuje zničení bakterií virů i plísní a na rozdíl od chloru je ozon bezodpadový¹⁶.

Nejen voda, ale i vzduch, lze ošetřit ozonem tak, aby byl stejně kvalitní a neobsahoval nežádoucí látky. V moderní době jsou budovy projektovány do podoby staveb s vysokým stupněm izolace. A tak, díky nestatečné výměně vzduchu, může docházet k výskytu toxických látek v ovzduší, které mají své charakteristické příznaky, jakými jsou: alergické reakce, dráždění sliznic, bolesti hlavy a další. Akumulace nežádoucích látek spolu se špatnou ventilací prostor způsobují tzv. *Syndrom nezdravých budov*. Tomuto problému aplikace ozonu zamezuje. Stejně jako v případě vody likviduje ozon všechny nežádoucí látky ze vzduchu za vzniku O₂¹⁶.

Desinfekce pitné vody má velkou prioritu. Pro zjišťování míry fyzikálně chemické desinfekce je uváděn tzv. C.T. faktor, který je dán součinem kontaktní doby T (min) a zbytkové koncentrace C ozonu (mg.l⁻¹). Vyjádření hodnoty C.T je v jednotkách g.min.m⁻³ nebo mg.min.l⁻¹. T je skutečná doba kontaktu v nádrži. Tato doba se stanovuje pomocí indikátoru. V tabulce 3 jsou hodnoty C.T. faktoru pro dosažení 99%

inaktivace (nebo log 2) hlavních patogenních organismů. Z těchto hodnot vyplývá, že je ozon jednoznačně nejúčinnějším dezinfekčním prostředkem¹⁷.

Tabulka 3: C.T. faktor nutný k inaktivaci 99% (nebo log 2) v teplotním rozsahu 5-25°C¹⁷

Mikroorganismus	Ozon pH 6 až 7	Chlór pH 6 až 7	Chloramin pH 8 až 9	Chlordioxid pH 6 až 7
E. coli	0,02	0,03-0,05	95 – 180	0,4 – 180
Poliovirus 1	0,1 – 0,2	1,1 – 2,5	770 – 3500	0,2 – 6,7
Rotavirus	0,006 – 0,06	0,01 – 0,05	2810 – 6480	0,2 – 2,1
cysty Giardia lambia	0,5 – 1,6	30 – 150	750 – 2200	10 – 36
oocysty Cryptosporidia	2,5 – 18,4	7200	7200 (1 log)	78 (1 log)

Další výhodou spojenou s používáním ozonu je ekonomický aspekt této metody. Vzhledem k tomu, že má ozon mikroflokulační efekt je možné snížit spotřebu chemikálií a zvýšit filtrační rychlost. Oxidační potenciál ozonu snižuje kontaktní dobu, v závislosti na biologickém efektu GAU. Zároveň také prodlužuje použitelnost GAU. Ozon je schopen plně nahradit chlor, chloramin nebo chlordioxid. Úspory vycházející z používání ozonových technologií jsou prokázány v mnoha městech po celém světě: Barcelona, Zurich, Paříž, Los Angeles, Singapur¹⁷.

2.2.3 Další využití ozonu

Užívání ozonu v medicíně jako terapeutického prostředku se datuje od roku 1900. V roce 1902 popsal J.H.Clarke úspěšné použití ozonu při léčbě chudokrevnosti, cukrovky, chřipky nebo černého kašle v publikaci „A dictionary of Practica Materia Medica“. V průběhu dalších dvaceti let se v jiných publikacích autorů z literatury⁹ lze dočíst o úspěšné léčbě např. dny, rakoviny děložního čípku nebo tlustého střeva. V roce 1930 zavádí dentista E.A.Fisch ze Švýcarska používání ozonizované vody k léčení paradentózy, zánětů a operačních ran. V roce 1940 vychází první učebnice o ozonové terapii „Das Medizinische Ozon“ doktora Hanse Wolffa¹⁶.

Také v Německu o 17 let později je zahájena výroba generátorů ozonu určených pro medicínské aplikace. Pokud bychom dnes hledali novodobou učebnici léčby ozonem, byla by to: „Ozon Handbuch: Grundlagen-Prävention-Therapie“ autorů Becka, Viebahna a Hänslera. V současnosti se ozon používá především k léčbě poruch prokrvování, mykotických, virových nebo bakteriálních onemocnění. Jako prevence i léčba infekčních onemocnění nachází ozon uplatnění i ve stomatologii¹⁶.

Dalšími způsoby využití ozonu mimo lékařství jsou v rámci textilního průmyslu, konkrétně ranní prádla. Výborné čistící schopnosti ozonu jsou nejlépe patrné při praní jednobarevných textilií (hotelové, nemocniční textilie). K takovému praní postačí pouze čistá studená voda s rozpuštěným ozonem. Přestože je zavedený trend prát textilie na vyšší teploty, poskytuje ozon nejlepší čistící schopnosti právě při nízkých teplotách. Teplota vody by neměla přesahovat hranici 45°C, protože za teplot vyšších se ozon rozkládá rychleji¹⁶.

Díky svým antibakteriálním účinkům se ozon hojně využívá i v potravinářském průmyslu (desinfekce zařízení, proplachování lahví).

Ozon je také možné použít při likvidaci škod způsobených povodněmi, kdy jsou nosné trámy a zdi nasáklé vodou a tvoří se v nich patogenní organismy. Tyto organismy jsou schopny přežít i úplné vysušení a poté dostatečné opětovné vzdušné vlhkosti znovu ožívají. Ozon i tyto bakterie, plísně a viry je schopen likvidovat¹⁶.

2.3 Úprava vody pomocí ozonu

Nejmodernější úpravny vod po celém světě dnes používají proces ozonizace vody pro dezinfekci a celkovou úpravu kvality vody. Pro detailní popis jednoho z ozonizátorů byl vybrán generátor ozonu WEDECO typu SMO evo660, který vlastní Vodárna Plzeň a.s.. Některé parametry, jsou možné porovnat se školním ozonizátorem na Katedře chemie FPE ZČU v Plzni, tyto údaje jsou v literatuře¹⁹. Porovnáním je možné vytvořit si představu o výkonech technicky využívaných generátorů ozonu.

2.3.1 Konstrukce a technické parametry generátoru ozonu

V případě používání velkých generátorů ozonu je kladem důraz na dodržování podmínek a požadavků, jimiž jsou: požadavky na prostředí, pracovní plyn nebo chladicí vodu. Například okolní provozní teplota zařízení je výrobcem doporučena na 5-35°C a

okolní vlhkost je vhodné udržovat na hodnotách menších než je 70% relativní vlhkosti vzduchu. Požadavky na vlastnosti pracovního plynu jsou různé v závislosti na použitém zdroji. Jako zdroj je možné využít např.: sušený vzduch nebo kyslík ze zásobního tanku. Ve Vodárně Plzeň a.s. je dnes jako pracovní plyn používán kyslík ze zásobního tanku. Dříve se zde používal sušený vzduch, který ale v konečném důsledku zapříčinil časté zanesení generátorů ozonu kyselinou dusičnou. Toto zanesení vznikalo díky nedostatečnému vysušení pracovního plynu. Další požadavky jsou uvedeny v tabulkách 4 a 5.

Tabulka 4: Požadavky na pracovní plyn pro používání generátorů ozónu EFIZON®-SMA/SMO¹⁸

	Kyslík ze zásobního tanku	Kyslík ze zařízení vyrábějících kyslík za vzduchu	Vzduch	
Koncentrace ozonu	99,5 ... 99,8	85... 95 (93 standard)	21	Vol%
Atmosférický rosný bod	< -70	< -70	< -70	°C
Obsah hydrokarbonátů	< 60	< 60	< 60	ppm _v
Obsah dusíku	> 1000	> 1000 po konzultaci		ppm _v
Obsah pevných částic	volné částice (filtr 0,1μm)	volné částice (filtr 0,1μm)	volné částice (filtr 0,1μm)	

Vstupní tlak je korigován tlakovým regulátorem a to z hodnoty přetlaku 5 bar(g) na 1,2 bar (g). Vzhledem k tomu, že v průběhu ozonizace dochází ke značnému nárůstu teploty, je nezbytnou součástí ozonizátoru chladicí zařízení, které zajistí dosažení požadovaného množství ozonu při nízké spotřebě energie, aby bylo dosaženo této nízké spotřeby je zapotřebí udržovat teplotu vstupní vody mezi 10 až 20°C¹⁸.

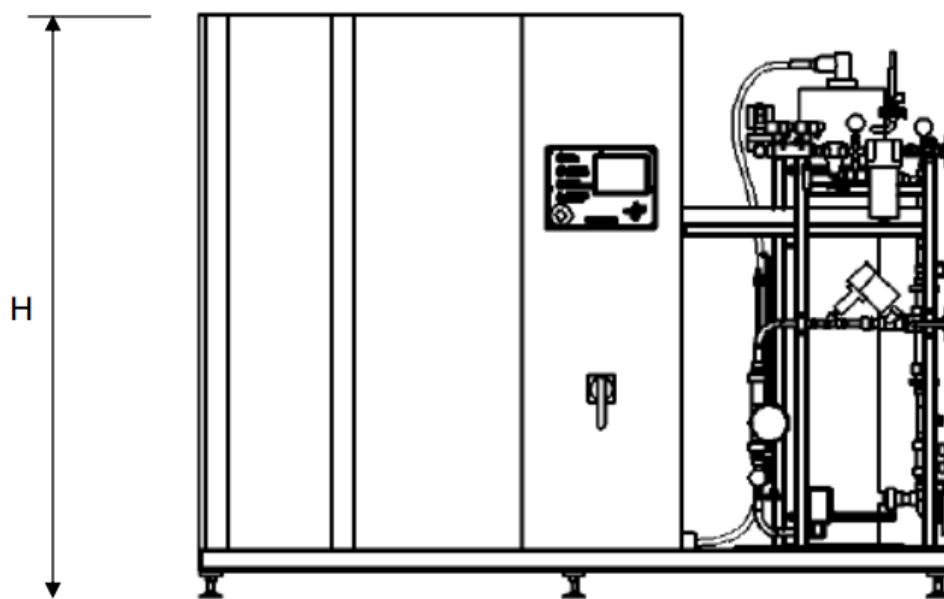
Tabulka 5: **Parametry požadavků systému**¹⁸

Pracovní plyn		O ₂
Vstupní tlak	bar g	4,5 – 6,0
Rosný bod	°C	-70
Provozní tlak generátoru	bar g	1,2
Teplota	°C	5 – 35
Max. tlak chladicí vody	bar g	3,5
Min. tlak chladicí vody	bar g	1,0
Tlaková ztráta chladicí vody	bar g	0,5

Optimální efekt chlazení zajišťují směrové proudové desky, které jsou uvnitř chladícího prostoru, vstup a výstup vody (vstup vody je umístěn v dolní a výstup v horní části generátoru) a také fakt, že je systém navržen jako protiproudý. Celý systém je opatřen snímači, které monitorují např.: vstupní tlak pracovního plynu, který nesmí stoupnout nad hodnotu 3,2 bar(g) nebo teplotu výstupní vody, která nesmí být vyšší než 50°C. Pakliže je překročena jedna z uvedených hodnot, je systém automaticky vypnut. Rozměry a hmotnost generátoru ozonu jsou uvedeny na obrázku 9 a 10 a v tabulce 6.

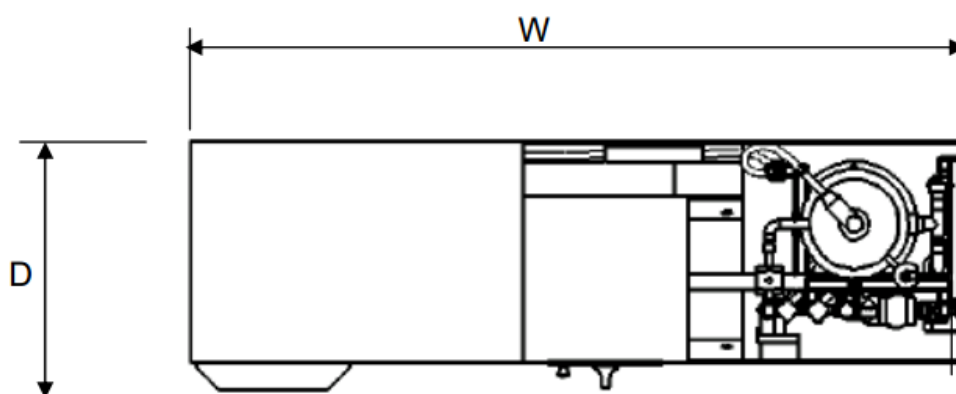
Tab.6: **Rozměry a hmotnost generátoru**¹⁸

Typ	SMOevo 660	
Šířka (B)	4050	mm
Hloubka (T)	1250	mm
Výška (H)	2300	mm
Hmotnost	3794	Kg



Obr.9: Generátor ozonizátoru – pohled zředu¹⁸

Takovýto vlastní generátor je navržen jako trubkový výměník tepla chlazený vodou, který při výrobě ozonu umožňuje provádět účinnou eliminaci tepla. Generování ozonu se uskutečňuje na principu tichého výboje a to v trubkách, které slouží jako výtlačné potrubí plynu¹⁸.

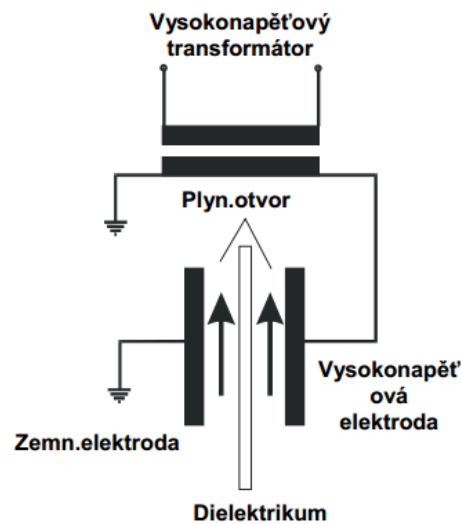


Obr.10: Generátor ozonizátoru – pohled shora¹⁸

Do tohoto potrubí jsou zabudovány elektrody, které jsou odděleny dielektrikem, vyrobeným ze skla. Na ně je pak přiváděno vysoké napětí o střední frekvenci s možností přizpůsobení se požadované produkci ozonu. Další částí je měnič, který je součástí přívodu elektrické energie. Jeho funkce je přizpůsobit výrobu ozonu odpovídajícím požadavkům. Pro výrobu ozonu tichým výbojem je vysoké napětí nezbytné, měnič je schopen poskytovat jednofázové napětí o střední frekvenci, které je dále transformováno transformátorem na napětí o max cca 6 kV. Za generátor je zařazena

katalytická destrukční jednotka. Úkolem této jednotky je zcela zlikvidovat zbytkový ozon, který představuje ohrožení zdraví uživatelů. Vnitřní část destrukturu je naplněna katalytickou náplní, která je schopna zničit ozon již při pokojové teplotě. Dříve se zde využívaly tepelné destruktory¹⁸.

Voda při toku do ozonizačních nádrží (čtyř) je nejprve ve směšovací nádrži sycena ozonem a pak dochází ke kontaktu s upravovanou vodou.



Obr.11: Schéma ozonizátoru¹⁸

Plzeňská Vodárna a.s. má dispozici tři výše popsané generátory ozonu.

2.3.2 Úprava vody před a po ozonizaci

Tato kapitola se zabývá úpravou vody ve Vodárně Plzeň a.s.. Proto, aby byla ozonizace co nejefektivnější, jednoznačně napomáhá její úprava před ozonizací.

Nejprve je surová voda z řeky Úhlavy filtrována přes hrubé a jemné pásové česle, díky nimž dochází k odloučení vznášejících se a nejhrubších nečistot. V objektu chemického hospodářství, kam je voda dále čerpána je dávkován koagulant $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, vápenné mléko a práškové aktivní uhlí. Voda je poté odváděna do šesti podzemních dvoupatrových usazovacích nádrží, kde vstupní části slouží jako koagulační nádrže. Díky dávce síranu hlinitého dochází k vločkování nečistot a za pomalého míchání se také tvoří vločky $\text{Al}(\text{OH})_3$. Všechny tyto nečistoty se zde usazují a voda jimi zbavená odtéká k separaci znečištění na šest rychlofiltrů naplněnými filtračním materiálem Filtralite. Takto upravená voda je vedena na ozonizaci viz kap. 2.3.

Voda po ozonizaci je čerpána zpět na filtraci, nyní ale na čtyři sorpční filtry s náplní granulovaného aktivního uhlí (GAU). Další zařazenou úpravou jsou UV zářiče²⁰.

V současnosti je se stále více rozšiřující nechemickou úpravou vody sterilizační zařízení UV lampou. Za aktivní část je zde využito monochromatického ultrafialového záření UV-C s vlnovou délkou 254 nm. Znemožnění množení bakterií a jejich eliminace je důsledkem germicidního efektu UV záření, které má za následek fotochemické poškození DNA. Vzhledem k tomu, že se jedná o fyzikální a nechemickou úpravu, neovlivňuje se tak složení vody, její chuť a účinek není závislý na složení vody.

Proces úpravy je jednoduchý. Voda prochází nerezovou trubkou, ve které je umístěna křemenná UV lampa. Je tak zajištěn těsný kontakt mezi lampou a vodou. Voda, která prochází přes UV lampy, je před tímto procesem již dostatečně zfiltrována²¹.

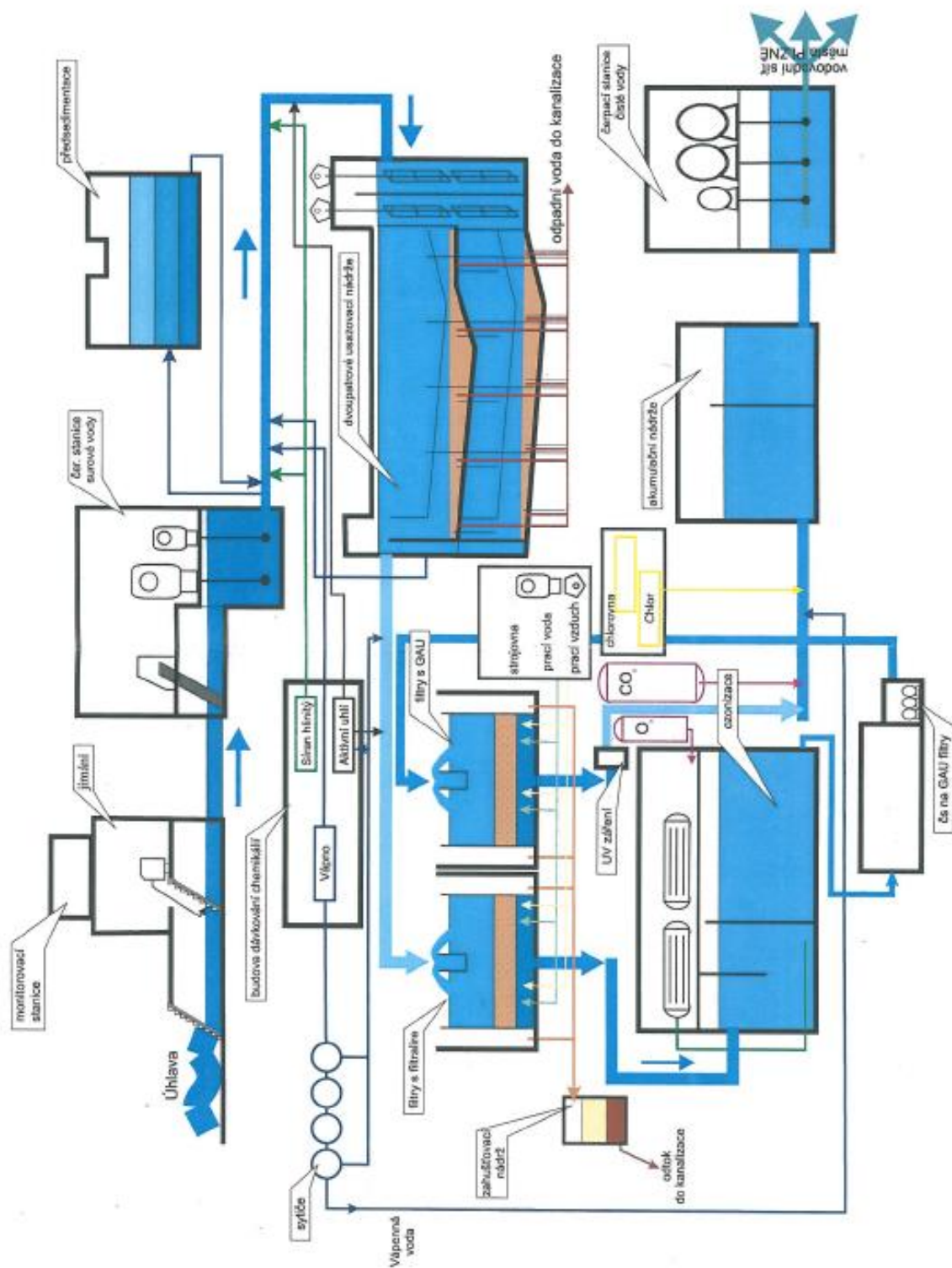
Přes UV zářiče voda odtéká do objektu akumulace. Tady je do vod dávkován oxid uhličitý, vápenná voda, čímž je zabezpečeno ztvrdování vody, a chlór (plynný) zjišťující hygienickou nezávadnost po dobu dopravy až ke spotřebiteli. Při takových úpravách se ročně spotřebuje zhruba 2000 t koagulantu, 550 t vápenného hydrátu, 250 t oxidu uhličitého, 200 t kapalného kyslíku a 20 t chlóru²⁰.

Celý postup je znázorněn schematicky na obrázcích 12 a 13.

2.3.3 Možné vedlejší produkty ozonizace vody

Ozonizací přírodních vod vzniká celá řada polárních organických sloučenin. Jsou jimi karbonylové a karboxylové sloučeniny, které s největší pravděpodobností vznikají oxidačním rozpadem organických přírodních látek s vysokou molární hmotností, jsou jimi fulminové a huminové kyseliny. Prvotní výzkumy potvrdily přítomnost několika aldehydických řetězců: butanal, pentanal a heptanal. Později se prokázal vznik aldehydů s nižší molekulovou hmotností – acetaldehyd; formaldehyd a další. Přesný mechanismus vzniku takovýchto produktů zatím není zcela objasněn, ale předpokládá se, že jejich vznik je podmíněn přítomností nenasycené části postranního řetězce látek (princip ozonolýzy viz kap. 2.2.1) nebo reakcí s aromatickou funkční skupinou strukturně různorodé látky obsažené v upravované vodě. Jelikož vedlejší polární látky mají vysoký stupeň biologické rozložitelnosti, existuje reálná hrozba podpory opětovného mikrobiálního růstu, což v konečném důsledku vede k vystavení spotřebitele problémům se zažívacím traktem. Mimo tvorbu produktů s karbonylovou

skupinou je reakce s ozonem zodpovědná také za tvorbu peroxidů např. peroxidu vodíku. Vedle nich se tvoří i organické epoxidy nebo alkylační činidla. Dalšími látkami, které se mohou vlivem ozonizace vytvořit, jsou bromované produkty (pokud jsou ve vodě obsaženy bromidové ionty). Z nich oxidací vzniká kyselina bromná (HBrO) nebo bromičnany (BrO_3^-). Všechny výše uvedené látky je možné vhodnou volbou dalších úprav vody účinně eliminovat za použití aplikací jako jsou: použití filtru z granulovaného aktivního uhlí (GAU), redukce dvojmocným železem (Fe^{2+}) nebo použití UV zářičů²².



Obr.13: Schéma Plzeňské vodárny²⁰

2.4 Další metody úpravy vody a její specifika

Následující kapitola je věnována možnostem odstraňování rezistentních antibiotik z odpadních vod pomocí Fentonovy oxidativní degradace. Za tímto účelem jsou připravovány katalytické kompozitní materiály metodou laserové ablace, která umožňuje depozici nanočástic s aktivním povrchem. Aktivita takto získaných katalyzátorů je testována pomocí UV spektrometrie.

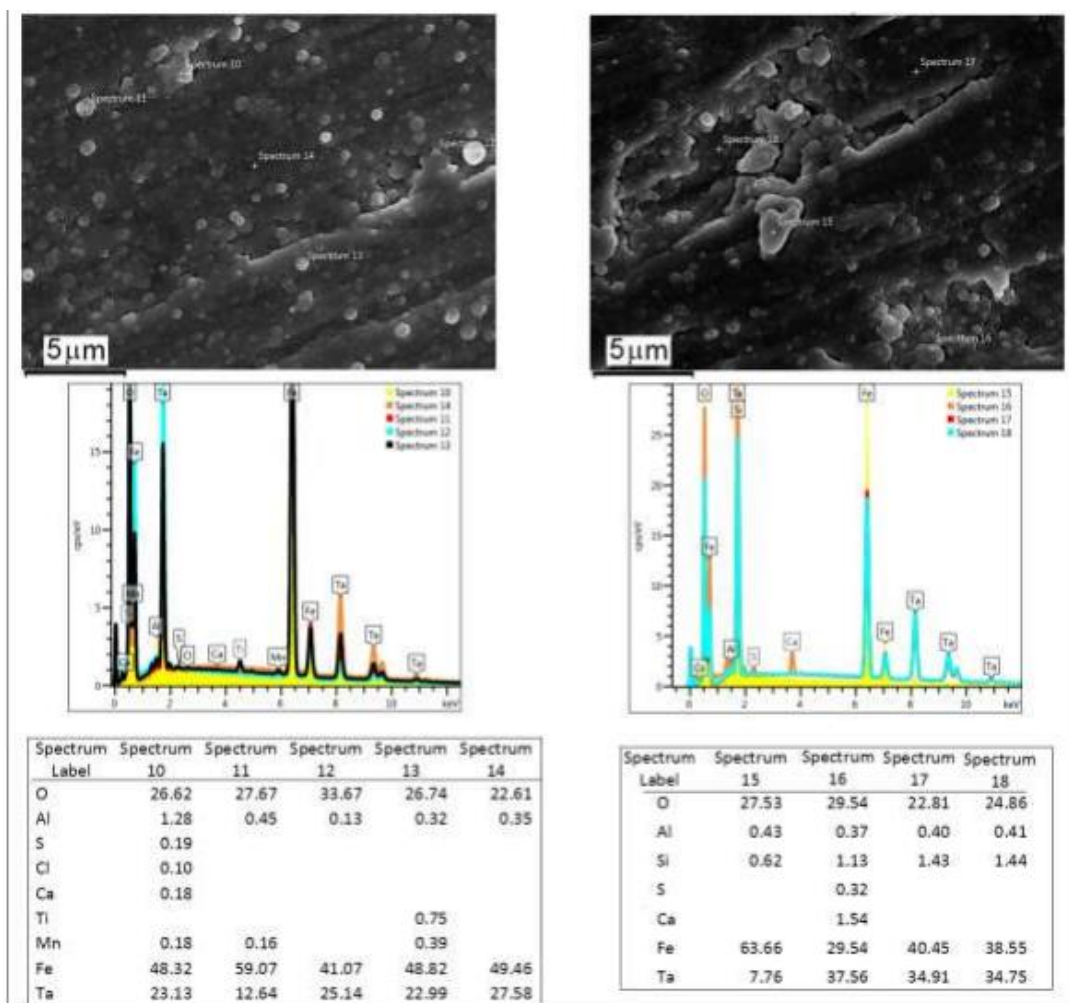
2.4.1 Metody pro přípravu katalyzátorů pro degradaci antibiotik

Ablativní depozice je prováděna pomocí pulsního ozařování Nd:YAG laserem (vlnová délka 355 nm, energie pulsu 188 mJ, frekvence 10 Hz, délka pulsu 8 ns) na hladké povrchy tantalových substrátů. Takovéto ozařování probíhá ve válcovém reaktoru při tlaku 2×10^{-3} Pa po dobu jedné minuty. Laserový paprsek je fokusován na kusový terčík nebo povrch slisované tablety²³.

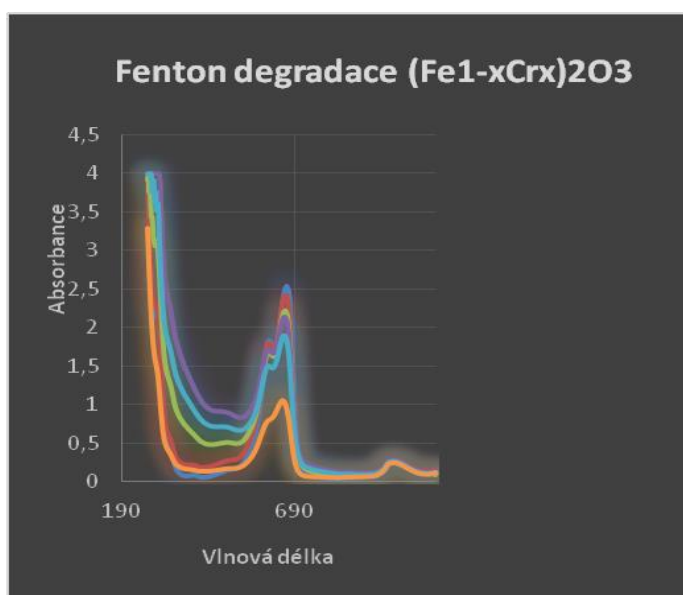
Ozařované tablety nebo terčíky jsou složeny z těchto materiálů: Magnetit (Fe_3O_4), ilmenit (FeTiO_3), chromit (FeCr_2O_4), hercynit (FeAl_2O_4), uvospinel – materiál vzniklý výpalem sintrované směsi Fe_2O_3 , TiO_2 a Fe při 1400 K (Fe_2TiO_4) a fayalit (Fe_2SiO_4). Po provedených ablacích se zkoumá morfologie a chemické složení jednotlivých materiálů, které jsou deponované na hladké povrchy. K těmto účelům se využívá skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) ve spojení s elektronově-dispersním spektrometrem (EDS). Na obrázku 14 je ukázka analýzy magnetitu²³.

2.4.2 Spektrofotometrické měření aktivity katalyzátorů

K spektrofotometrickému měření se používá směs 20 mg práškového katalyzátoru v 25 ml 0,2M roztoku H_2O_2 s přidanou methylenovou modří (dále MM), která odpovídá koncentraci ($5 \times 10^{-5}\text{M}$) antibiotik ve vodě, je míchána ve 100ml kádince. V takto připravené směsi je měřen úbytek absorbance barviva v závislosti na čase na UV-vis spektrofotometru Shimadzu model 1601. Pro ilustraci snižování absorbance MM v roztoku s peroxidem vodíku v deionizované vodě, je používán tuhý roztok hematitu-eskolaitu, $(\text{Fe}_{1-x}, \text{Cr}_x)_2\text{O}_3$. Na obrázku 15 je uveden graf závislosti absorbance na vlnové délce měřených po různých časových úsecích²⁴.



Obr.14: EDS-SEM analýza filmu magnetitu na tantal deponovaného zářením Nd:YAG laseru²⁴.

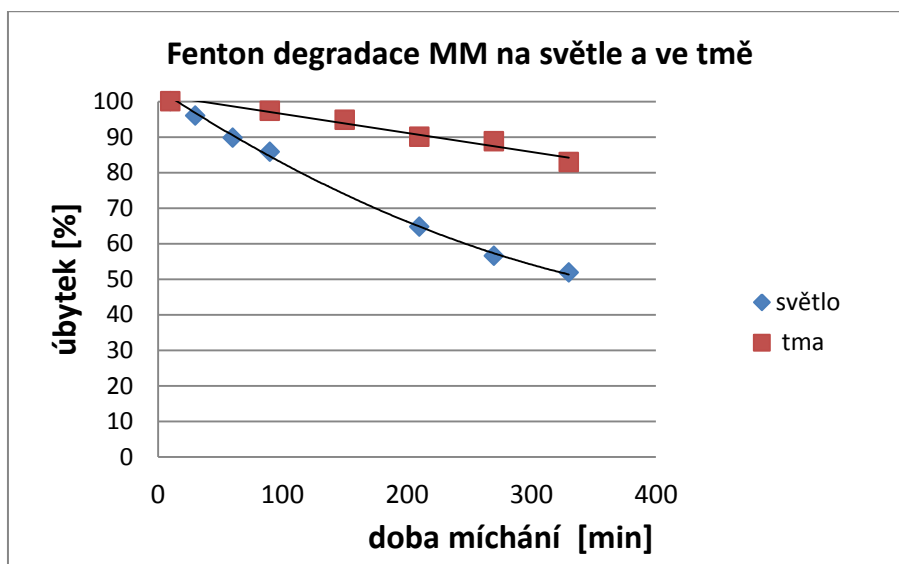


Obr.15: Změna absorpce vodného roztoku H_2O_2 a MM v přítomnosti hematitu-eskolaitu, $(Fe_{1-x},Cr_x)_2O_3$ po 0, 60, 120, 220, 300 a 1260 minutách²⁴

2.4.3 Testování deponovaných filmů spinelů na hladkém tantalovém povrchu

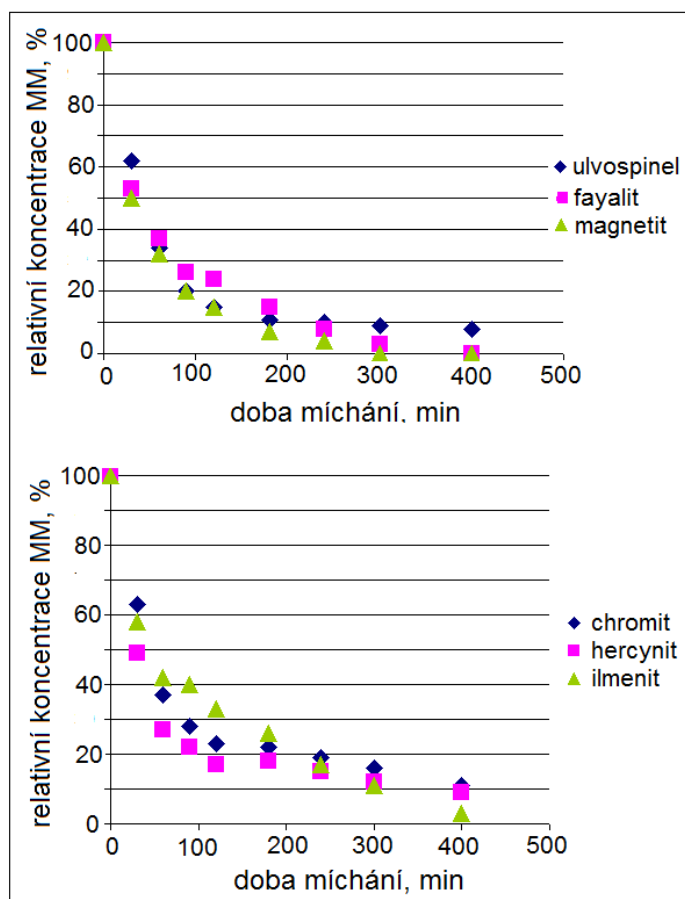
Pro tu část testování se využívá 0,2 M roztok H_2O_2 v deionizované vodě s přidanou MM, jejíž koncentrace ($4,7 \times 10^{-7}$ M, 150 $\mu\text{g/l}$) se reálně shoduje s koncentrací antibiotik v odpadních vodách. Vzhledem k takto malým koncentracím je nezbytné ověření stability MM v samotné neionizované vodě a vliv denního světla s peroxidem vodíku na průběh degradace methylenové modři. Výsledky dokázaly, že degradace MM ve vodě je pomalá, protože absorbance MM poklesla během 40 dní o 40 %. Výsledky měření úbytku absorbance za denního světla a za tmy jsou uvedeny v tabulce 7²⁴.

Tabulka 7: Popis úbytku absorbance na čase za daných podmínek²⁴.



Se stejnou koncentrací methylenové modři jsou míchány miniaturním magnetickým míchadlem ve 4ml spektroskopické kyvetě 3ml roztoku. Do kyvety je umístěn (opřen o stěnu) tantalový plíšek deponovanou stranou blíže k volně rotujícímu míchadlu. Měření úbytku absorbance barviva v závislosti na čase jsou prováděna na UV-vis spektrofotometru Shimadzu model 1601 a všechna hodnocení byla provedena ve tmě.

Nejvyšší katalytická aktivita je měřena u magnetitu a fayalitu, kde po 400 minutách míchání nebyl měřitelný obsah MM. U ostatních filmů byl naměřen pokles koncentrace na cca 10%. Průběhy poklesu koncentrace MM jsou zaznamenány na následujícím obrázku 16²⁴.



Obr.16: Rozklad MM na filmech spinelů deponovaných Nd:YAG laserem na tantalový substrát²³.

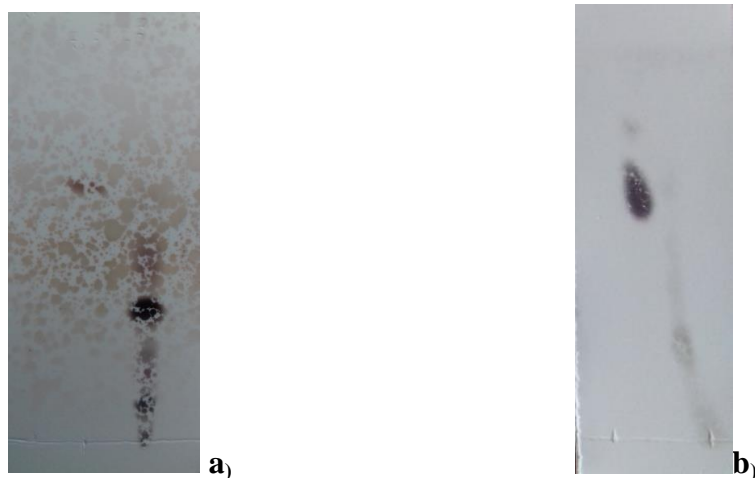
Z grafu na obrázku 16 vyplývá, že jako materiál s nejlepšími vlastnostmi degradace methylenové modři, je fayalit a magnetit. Příklady zkoumaných rezistentních antibiotik jsou uvedeny v literatuře²³ spolu s dalšími metodami přípravy zmíněných katalyzátorů.

3 Praktická část

V průběhu práce byly užity, není-li uvedeno jinak, chemikálie v čistotě p.a.. Pod pojmem voda se rozumí voda destilovaná. Při chromatografiích byl použit materiál TLC Silikagel 60 F₂₅₄, dodávaný firmou MERCK. K přípravě ozonu byl použit ozonizátor zkonstruovaný na katedře chemie FPE ZČU v Plzni, publikován v časopisu Chemické listy¹⁹.

3.1 Analytická TLC a její detekce

Na provádění analytické TLC byla použita chromatografická fólie DC-AlufolienKieselgel 60 F₂₅₄. A to tím způsobem, že z této fólie byla odštířena dostatečně velká část (tvarem obdélník, 3x7 cm), na kterou byla vyznačena kapilárou nebo ostrým hrotem škrabátka startovní čára. Na startovní čáru, dle počtu zkoumaných látek, byly vyznačeny startovní body. Na ně pak kapilárou byly nanесeny jednotlivé vzorky. Následně byla vrstva vyvíjena ve směsi rozpouštědel: n-hexanu a ethylacetátu v poměru 10:3 a to tak, že hladina rozpouštědel nebyla vyšší, než startovní čára. Detekce byla následně provedena rovnoměrným postřikem 10% kyseliny sírové a vypálením na elektrickém vařiči, jakmile se na vrstvě objevily stopy zuhelnatělých organických látek, byla sejmuta z vařiče. V případě, že postřik nebyl dostatečný, objeví se na fólii více nafialovělých skvrn (Obr.17). Vypalování na elektrickém vařiči provádíme ideálně ve chvíli, kdy byl vařič vypnutý, aby vypálení proběhlo postupně a nedošlo k rychlému zčernání.



Obr.17: Ukázka chromatogramu s nedostatečným (a) a dostatečným (b) postřikem H₂SO₄

3.2 Příprava norketonu

3.2.1 Ozonizace betulin-diacetátu

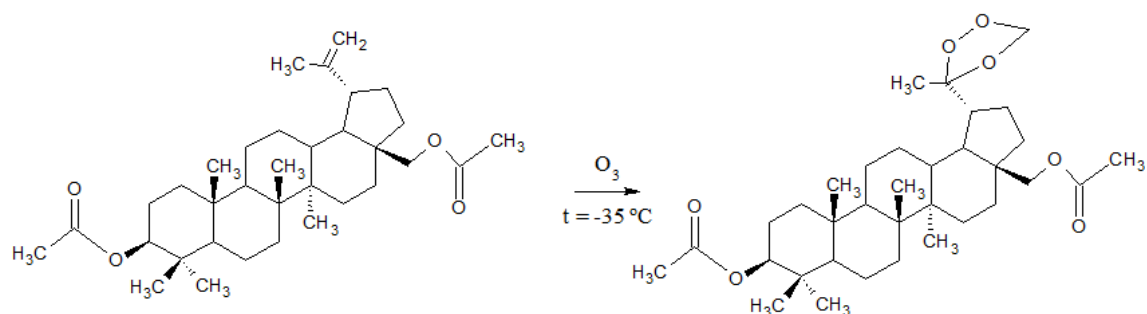
Ve 12 ml chloroformu bylo rozpuštěno 240 mg betulin-diacetátu. Tento roztok byl převeden do absorpční nádoby. Nastavení ozonizátoru se shodovalo s nejlepšími parametry, při kterých je možno co nejefektivněji ozonizovat sloučeniny. Konkrétně: Průtok kyslíku na 20 ml za minutu. Frekvence zdroje byla upravena volbou vhodného kondenzátoru tak, aby jeho skutečná frekvence byla 62,1 Hz a nakonec střidu, která by měla být nastavena v poměru $t_z/t = 0,915$, kde t_z je čas, kdy je Ruhmkorffův induktor pod napětím a t je celkový sledovaný časový úsek. Střída lze také vyjádřit jako poměr odporů. Konkrétně jako poměr odporu R_1 ku součtu R_1 a R_2 . Proto k nastavení střídavy volíme vhodnou kombinaci rezistorů (detailnější podrobnosti o nastavení ozonizátoru jsou uvedeny v literatuře¹⁸). Ve chvíli vhodného nastavení byla do absorpční nádoby zavedena hadička, ze které proudil vznikající ozon. Protože jsou ozonidy velice reaktivní za normální teploty, musí se absorpční nádoba vložit do chladicího média, kterým je v tomto případě ethanol, který byl chlazen ponorným chladičem na teplotu $-35\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ozonizace byla plánována dle literatury²⁰ na 4 hodiny. Jak je v literatuře uvedeno pro čtyřhodinovou ozonizaci byla použita směs 2 % ozonu. Vzhledem k tomu, že optimálně zvolené nastavení na konkrétním ozonizátoru produkuje 6 % směs ozonu, očekávalo se, že ozonizace bude ukončena dříve. V průběhu ozonizace byla prováděna analytická TLC (Obr.18).



Obr.18: **Chromatogram průběhu ozonizace** – startovní body zleva: betulindiacetát; produkt po 30; 60; 90 minutách ozonizace.

Na startovní čáru byly, ve vhodné vzdálenosti, od sebe vyznačeny čtyři startovací body, kam byl na pozici první zleva umístěn vzorek s výchozí látkou (čistým betulin-

diacetátem) a na další tři pozice byla po 30 minutových intervalech nanášena směs z absorpční nádoby. Vzhledem k tomu, že směs po 90 minutách již neobsahovala výchozí betulin-diacetát, byla ozonizace ukončena.

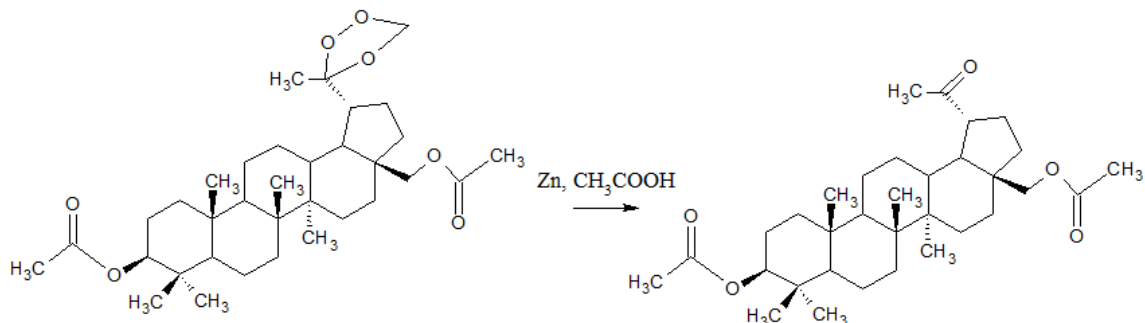


Obr.19: Reakční schéma ozonizace betulin-diacetátu

3.2.2 Redukce ozonidu a jeho následná úprava

Směs byla převedena do 100 ml erlenmayerovy baňky a ponechána do druhého dne volně vypařovat. Pro dostatečné odpaření bylo využito i odsání par chloroformu pomocí vývěvy. Pro redukci byl využit postup uvedený v literatuře² s ohledem na přepočít výchozí látky, tedy přidání 0,5 ml 50% kyseliny octové a 150 mg práškového zinku. Tato směs byla míchána jednu hodinu. Ze směsi byl odstraněn nezreagovaný zinek tyčinkou a to tak, že se zinek tyčinkou tlačil na stěnu baňky, aby se redukovaly ztráty, které by vznikly nachytáním produktu do nezreagovaného zinku nebo případnou filtrací v malém množství. Směs (zbavená zinku) byla přelita do dělicí nálevky. Baňku, ze které byla směs přelita, byla vypláchnuta malým množstvím chloroformu a přilita také do dělicí nálevky. Do dělicí nálevky byl přidán chloroform o objemu 20 ml. Směs byla protřepávána, aby se oddělila organická část od anorganické (chloroform je těžší než voda, proto je organická část směsi ta spodní). Protřepávání organické části dále probíhalo s roztokem hydrogenuhličitanu sodného (NaHCO_3). Vždy po protřepání byla odebrána organická složka a ta třepána s čistým roztokem (NaHCO_3). Anorganická část z prvního rozdělení byla vytřepána v chloroformu, aby se z ní ještě uvolnily další možné díly produktu a předešlo se tak větším ztrátám. Tento díl byl přidán k první organické části a také protřepáván s hydrogenuhličitanem sodným. Celý díl organické směsi byl převeden do 100 ml erlenmayerovy baňky a byl k němu přidán bezvodý síran sodný (Na_2SO_4). Směs byla dále míchána 5 minut. Poté byla směs přelita do předem zvážené erlenmayerovy baňky i s varným kamínkem tak, aby v té původní baňce zůstal síran sodný (Na_2SO_4). Směs byla ponechána jeden den v sušárně k úplnému vysušení.

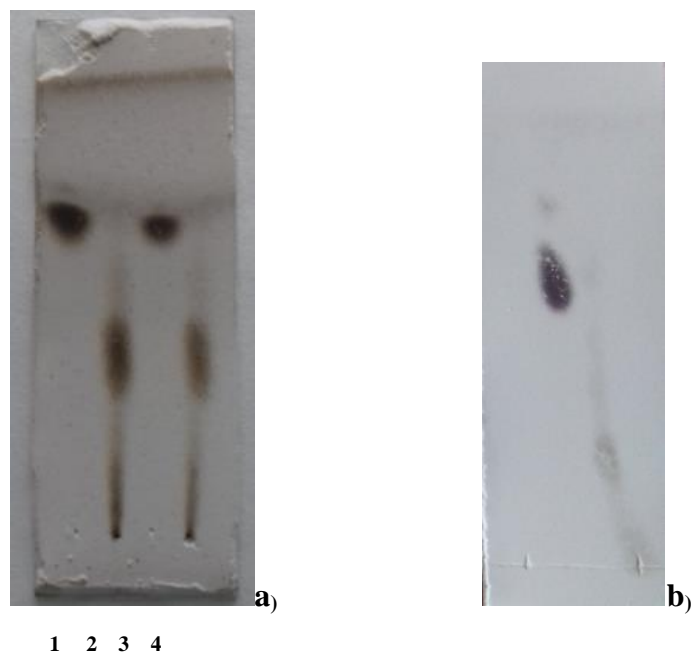
Následným vážením bylo zjištěno, že v baňce zůstala látka o hmotnosti 215 mg. Pro ověření byla provedena analytická TLC s betulindiacetátem a norketonem. Vyvíjení probíhalo za stejných podmínek, jak je uvedeno v kap.3.1. Chromatogram je uveden na obrázku 4.



Obr.20: Reakční schéma redukce ozonidu

3.2.3 Čištění norketonu pomocí preparativní tenkovrstvé chromatografie

Do erlenmayerovy baňky s norketonem byl přidán chloroform o objemu 6 ml. Do předem připraveného balonku, vytvořeného ze skleněné trubice, byl pokusně nasáván chloroform, aby bylo možné zjistit, jaký objem konkrétní balonek má a do jaké míry musí být naplněn, aby nasátý objem chloroformu byl 2 ml (tomuto objemu odpovídá jedna třetina z celkové váhy, v tomto případě cca 72 mg surového norketonu). Již dříve byla připravena (postup viz kap.2.2.2.1) skleněná deska 20x20 cm, na kterou bylo nanášeno 20 g silikagelu smíchaného s 50 ml vody. Silikagel byl nanášen tak, aby smáčel celou plochu desky a tloušťka silikagelu byla na všech místech přibližně stejná. Takto připravená deska byla ponechána 5 dní schnout. Poté bylo možné desku použít na chromatografii. Balonkem, do kterého byly nasáty 2 ml směsi chloroformu a norketonu, byl tento objem postupně nanášen na start asi 2 cm od spodního okraje desky tak, aby místa, kam je směs nanášena, byla rovnoběžně s okrajem desky. S takto naneseným objemem směsi byla provedena preparativní chromatografie (směs rozpouštědel byla shodná s analytickou TLC), vrstva byla vyvíjena 4 hodiny. Po této době byla vrstva vyjmuta z chromatografické komory a byla změřena vzdálenost startu a místa, kam až rozpouštědla vyvzlínala (čelo rozpouštědel). Zároveň s prováděnou chromatografií na velké skleněné desce, byla provedena analytická TLC s tím rozdílem, že místo chromatografické fólie, bylo použito mikroskopové sklíčko se silikagelem a místo startovní čáry byly vyznačeny pouze body (Obr.21).



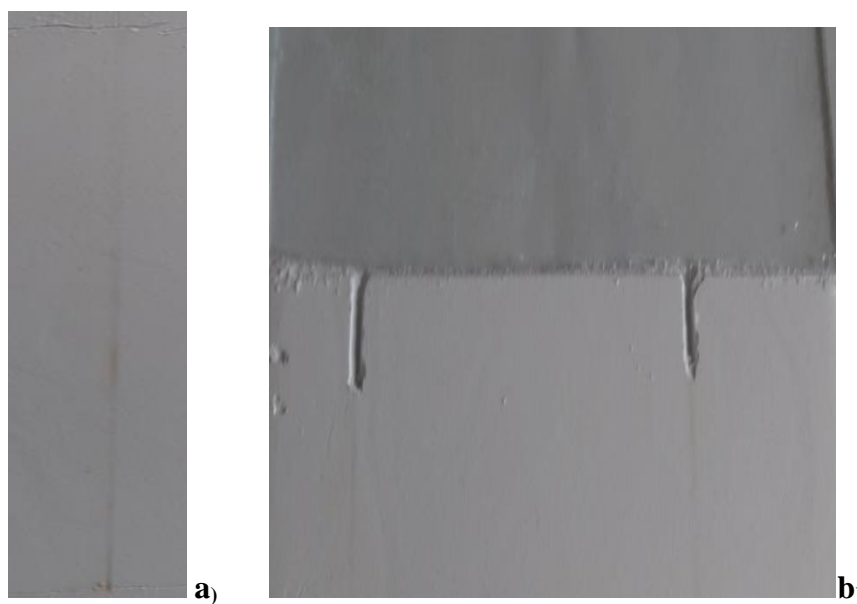
Obr.21: Srovnávací chromatogram betulindiacetátu a norketonu. V části a) na sklíčku se silikagelem (1,3 – betulindiacetát; 2,4 – norketon), v části b) na fólii Silikagel 60 F₂₅₄.

Díky této analytické TLC byla získána informace v jaké výšce se pohybovala vrstva norketonu. Z této informace se dále vycházelo při výpočtu retardačního faktoru R_f , který je dán podílem (a) vzdálenosti středu skvrny od startu a (b) vzdálenosti vyvzlínané vrstvy rozpouštědel od startu (viz kap 2.2.1.1). Po výpočtu R_f bylo možné vypočítat, v jaké vzdálenosti od startu, při vyvíjení velké desky, se bude nacházet zóna, ve které bude norketon. Vzhledem k tomu, že bylo nutné odebrat celou zónu s norketonem, musel být výpočet retardačního koeficientu rozdělen na dva dílčí výpočty. A to na spodní a vrchní část (tam, kde skvrna začíná, v tabulce ozn. A_1 , a končí, v tabulce ozn. A_2), k těmto částem příslušel rozdílný retardační koeficient (v tabulce R_{f-1} a R_{f-2}). Díky těmto výpočtům bylo možné určit, kde se nachází zóna s norketonem vzhledem k rozdílné ploše velké desky. Jako kontrola posloužilo vypálení velké desky elektricky žhaveným drátem (Obr.22). Vyvinutá velká deska byla přiložena k drátu tak, že startovní čára svírala pravý úhel s drátem. Tam, kde byl drát přiložen, se vypálily organické složky směsi a díky předchozímu výpočtu, bylo snadné určit, které části jsou hledaným produktem.

Vzdálenosti, které byly naměřeny a vypočteny pro první podíl, jsou v následující tabulce:

	A ₁ ; A ₂	B	R _{f-1} ; R _{f-2}
analytická destička	20 ; 30 mm	62 mm	<u>0,312; 0,483</u>
velká skleněná deska	<u>47 ; 73 mm</u>	150 mm	<u>0,312; 0,483</u>

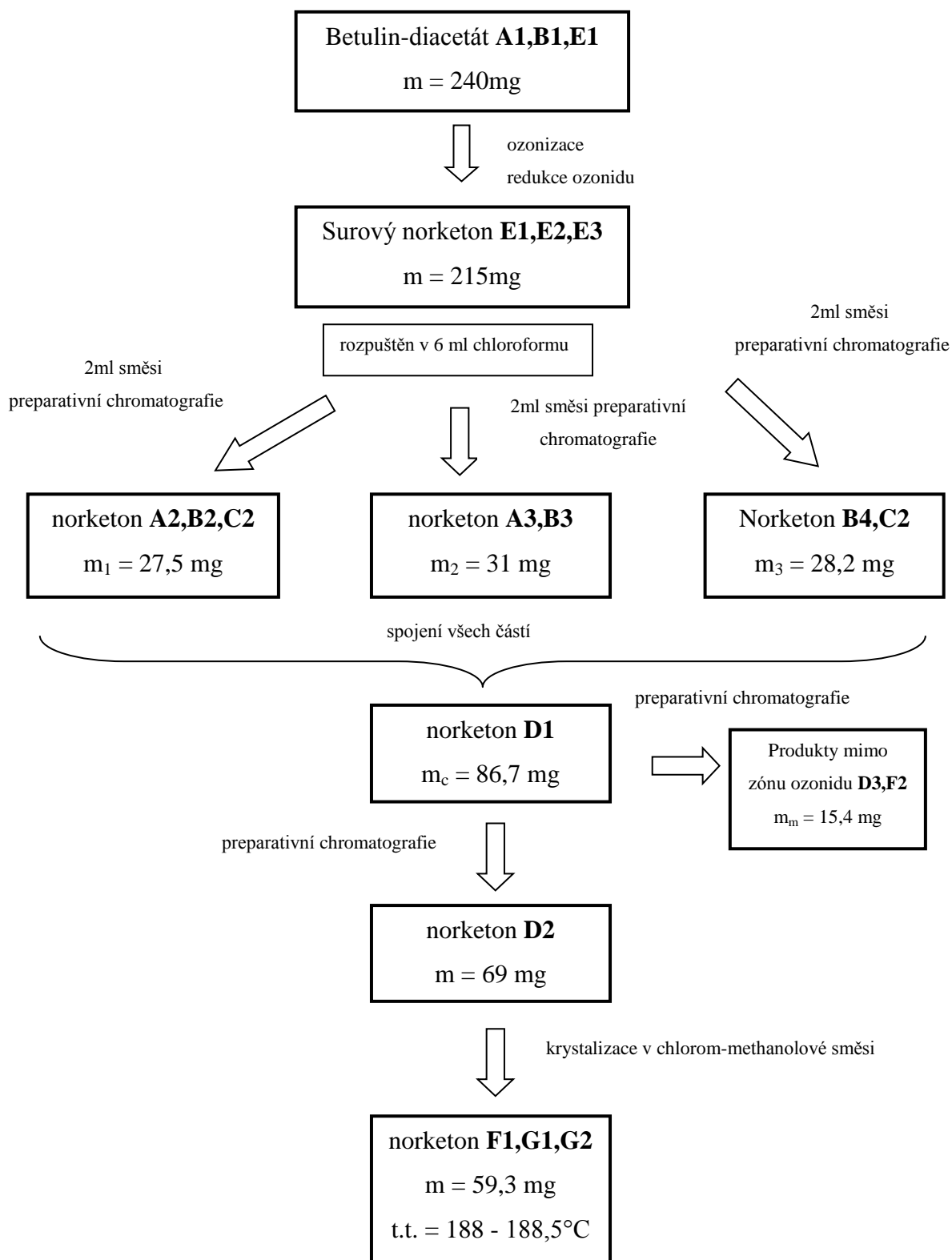
Sběr zóny ze skleněné desky proběhl pomocí pravítka, kterým se oddělovaly zóny silikagelu. Před samotným sejmutím požadované zóny bylo nutné odstranit nejdříve část silikagelu, kde se produkt nenacházel. Poté se část skla, kde již nebyl silikagel, očistila kouskem vaty, aby nedošlo k znečištění při dalším sběru zóny s produktem. Následně byly ze skleněné desky odstraněny zuhelnatělé části silikagelu, vzniklé vypalováním, z určené zóny a bylo provedeno stažení celé určené zóny (Obr.22). Tato část byla poté na křídovém papíře rozmělněna na prášek, a byla nasypána do připravené byrety, na jejímž zúženém konci byla ucpána kouskem vaty. Aby se zamezilo výskytu vzduchu v nasypané části, bylo trubicí naráženo proti měkké podložce tak dlouho, dokud nebyla sypká část nárazy udusána natolik, že se již nadále vůči trubici nepohybovala. Do takto upravené trubice bylo přidáno 30 ml ethyl-acetátu a trubice byla postavena do stojanu. Pod trubicí byla umístěna předem zvážená baňka s varným kamínkem. Do baňky postupně odkapával ethyl-acetát po dobu tří dnů. Poté byl obsah baňky oddestilován, ale ne zcela do sucha.

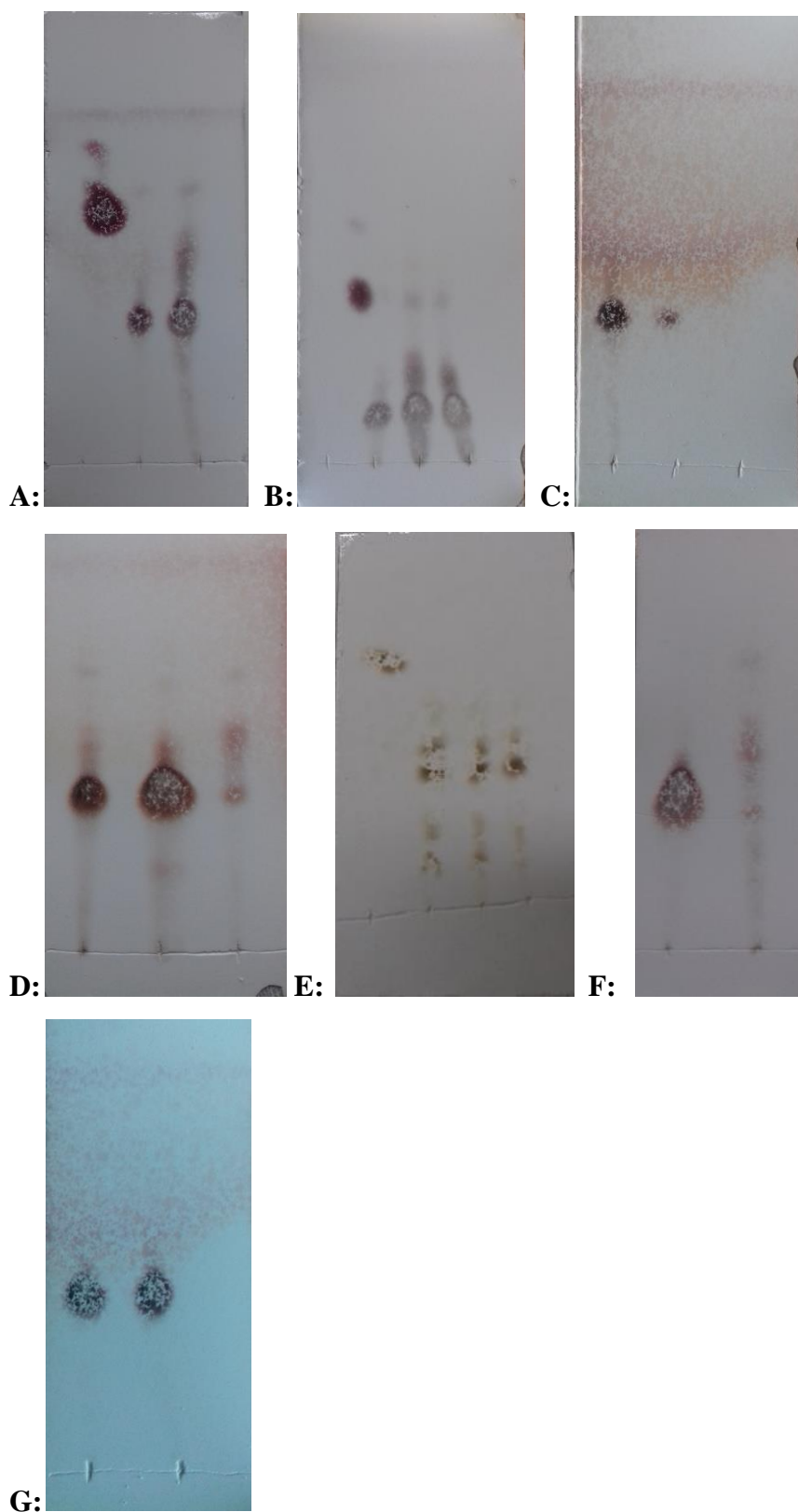


Obr.22: Detekce pomocí drátu (a) a deska připravená na sběr požadované zóny (b)

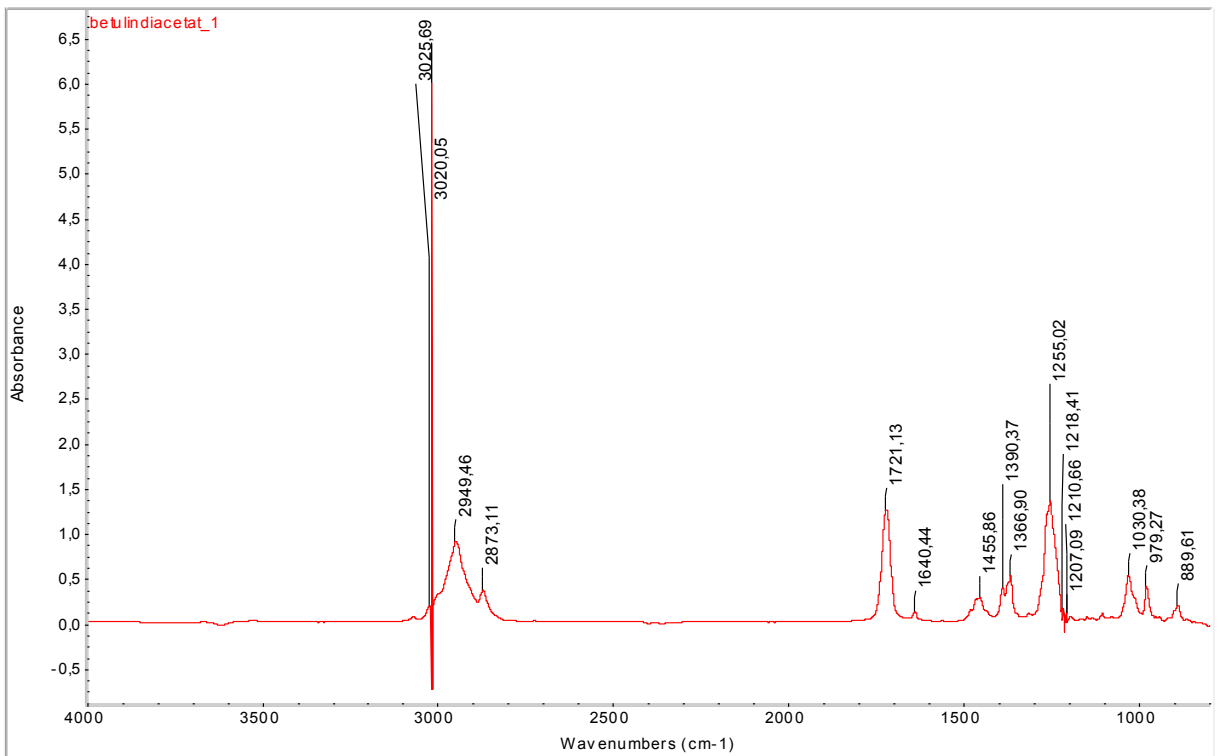
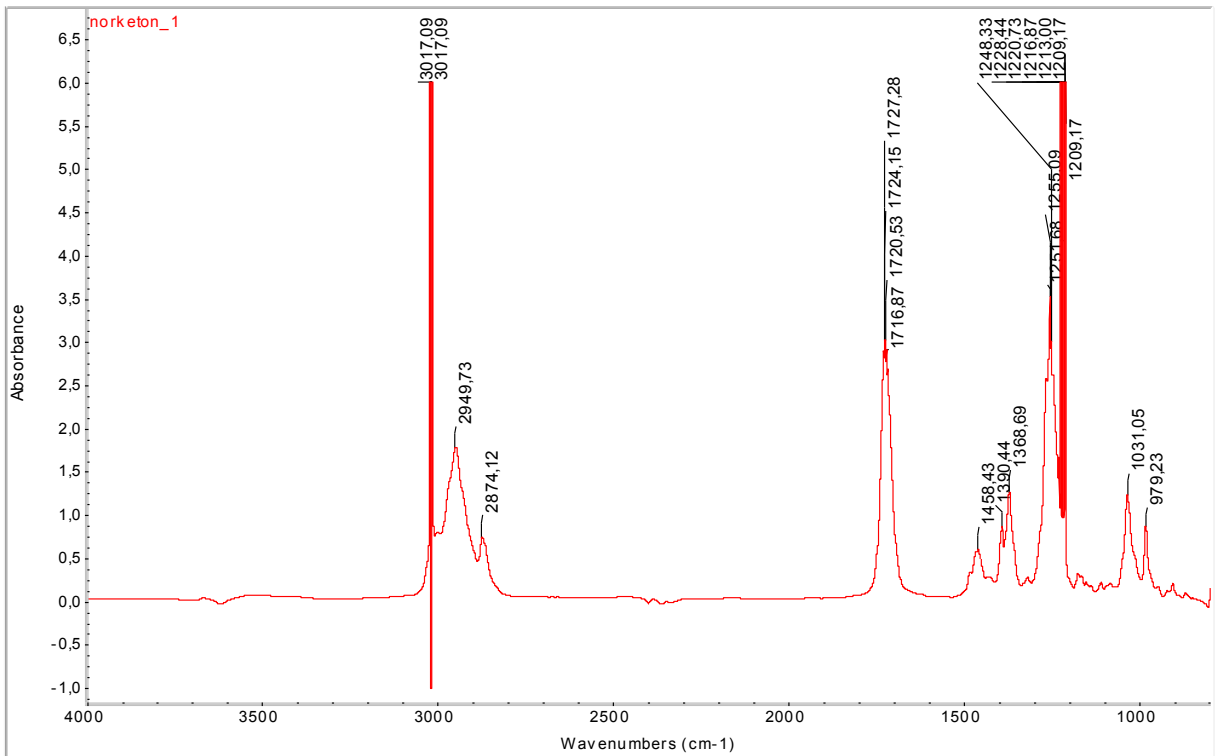
Ve chvíli kdy v baňce zbývala malá část rozpouštědla a kapalina vykazovala známky zvýšené viskozity, byla destilace ukončena a baňka byla vložena do sušárny k dodatečnému odpaření přebytečného rozpouštědla. Tento postup byl opakován dvakrát, aby byl zpracován celý objem s norketonem. Hmotnosti jednotlivých podílů: Podíl 1: 27,5 mg, podíl 2: 31mg, podíl 3: 28,2mg. U všech tří částí byla pomocí analytické TLC stanovována jejich čistota. Poté byly všechny podíly spojeny a znovu byla provedena analytická TLC, díky níž bylo zjištěno, že celkový podíl nevykazuje jednotnost na chromatogramu. Z tohoto důvodu bylo přistoupeno k další preparativní chromatografii k přečistění produktu. Díky této chromatografii byl výsledný produkt o hmotnosti 69 mg již chromatograficky jednotný. Takto připravený produkt krystaloval v chloform-methanolevé směsi. Zvolená směs využívala rozdílné rozpustnosti norketonu v jednotlivých rozpouštědlech. Samotná krystalizace probíhala tak, že do předem zvážené lékovky byl balonkem předem norketon rozpuštěný v chloroformu. Poté byla lékovka zahřána na vařiči, jako varný kamínek byla použita zatavená kapilára. Objem chloroformu, který se vypařoval, byl nahrazován methanolem. Doplnění přibližně 1,5 ml methanolu proběhlo 7 krát přibližně v minutových intervalech. Vařicí směs byla odstavena a míchána kapilárou. Díky tomu, že na kapiláře byla již znatelná krystalizace, během pár chvil míchání se stalo, že v okamžiku vykrystalovala většina norketonu. Směs byla ponechána volně krystalovat 4 hodiny. Zvážením lékovky bylo zjištěno, že hmotnost krystalického podíly byla 59,3 mg. Zbylé rozpouštědlo bylo odebráno balónkem a ponecháno pro další případnou krystalizaci. U takto získaného podílu byl zjišťován bod tání, který odpovídal 188 – 188,5 °C. Následující schéma (i s jednotlivými hmotnostmi produktů) zachycuje celé postup přípravy. Ve schématu jsou každému mezi produktu přiřazena písmena a čísla. Písmena odkazují na obrázek (6) chromatogramu daného meziproductu a číslo odpovídá pořadí startovního bodu zleva obrázku.

Obr 23: Schéma postupu přípravy a čištění norkenu





Obr.24: **Chromatogramy různých částí postupu** – na schématu 1 je uvedeno písmeno, které odpovídá danému chromatogramu a číslo, které určuje pořadí bodu zleva na startovní čáře



Obr.25: Spektra norketonu a betulindiacetátu měřená na spektrofotometru FT-IR Nicolet iS5

4. Didaktická část

4.1 Možnosti využití ozonu ve výuce

V rámci výuky lze realizovat v souvislosti s ozonem několik pokusů a demonstrací. Při jejich přípravě a v jejich průběhu lze žákům zadávat různé úkoly, které se v realizaci pokusu musejí vypočítat. Z řady možností příprav uvedených v kap. 2.1.2 je k demonstraci ozonu a jeho vlastností nejvýhodnější využít přípravu pomocí tichého výboje. Tato příprava je možná provádět v konstrukčně nepříliš složitém ozonizátoru. Ozonizátor, resp. celá aparatura ozonizátoru je složena z několika částí: průtokoměru-regulátoru tlaku, ozonizační trubice, zdroje vysokého napětí, absorpční (reakční) nádoby. Nedílnou součástí je také zdroj kyslíku a stejně jako je uvedeno v kap. 2.3.1 je možné využít dva druhy zdrojů. Soustavu lze podle možností zapojit takto: Zdroj kyslíku » regulátor tlaku » průtokoměr » ozonizační trubice (k nim připojený zdroj napětí) » absorpční (reakční) nádoba » průtokoměr » absorpční nádoba. V absorpční nádobě na konci aparatury je látka, která je schopna redukovat ozon, zbylý z reakce z první nádoby.

V rámci zapojování celé soustavy lze zadat několik dílčích úkolů.

- Laboratorní práce č.1 – viz příloha

Data pro výpočet průtoku jsou závislá na volbě průtokoměru. Na výběr máme dva druhy. Padáčkový a bublinový průtokoměr. Padáčkový průtokoměr má nekalibrovanou stupnici, která je vyznačena na trubici, v níž je umístěn padáček, který se pohybuje na proudu plynu, protékajícího trubicí. V tomto případě se postupuje tak, že se pneumatická vana nebo akvárium a odměrný válec naplní vodou. Poté se válec otočí dnem vzhůru tak, aby hrdlo válce zůstalo pod hladinou a sloupec vody zůstal ve válci.

- Otázka pro žáky: Co udržuje v tomto momentě vodu v odměrném válci?

Pokud máme k dispozici regulátor tlaku, nastavíme jej tak, aby padáček byl ve výšce námi požadovaného čísla na stupnici. Pak se hadička vedoucí z průtokoměru zavede pod hladinu vody, kde se nachází válec. Jakmile se začne dostávat vzduch do válce, spouští se stopky a měří se čas, za jaký je objem (250ml) vytlačen z válce. Takovéto

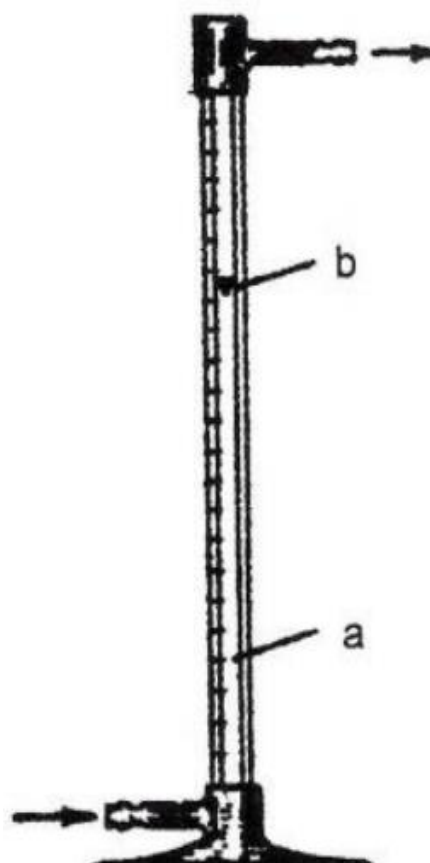
měření se opakuje minimálně třikrát (aby se mohly zprůměrovat) pro jednotlivé hodnoty na stupnici. Každé hodnotě na stupnici odpovídá tedy nějaký čas, za který byl objem vody vytlačen. Výpočet průtoku je dán podílem - objem : čas. Před zpracováním dat je vhodné převést na hodnoty v jednotkách ml/min. Dále tedy možné data zpracovat, například tabulkou nebo grafem.

Druhou modifikací průtokoměru je bublinový průtokoměr. Jak již název napovídá místo padáčku je proudem plynu nese bublina. Průtokoměr je tvořen již kalibrovanou stupnicí (ml), přívodní trubičkou, ve které je odbočka a v ní umístěna zaslepená hadička se saponátem, jejíž stisknutím vytlačí saponát do proudu plynu a tím vznikne bublina. Oba druhy průtokoměrů jsou na obr. 26.

Pro tento výpočet můžeme volit objem plynu, kterým byla bublina vytlačena za měřený čas. Výpočet a převod je stejný jako v prvním případě. Tento úkol žáky prověřuje v oblasti matematických výpočtů, zpracování dat a jejich prezentaci.



A

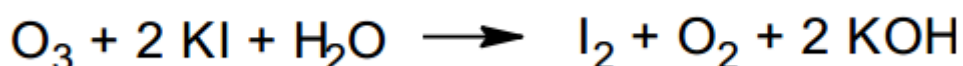


B

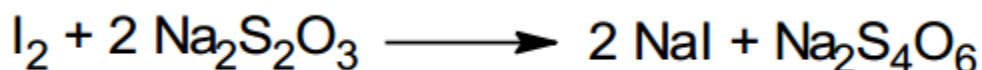
Obr.26: A: Bublinový průtokoměr – B: Padáčkový průtokoměr – a – stupnice, b – padáček určující průtok

Jakmile je možné z dat určit průtok plynu, je možné určit, kolik ozonu ozonizátor vyprodukuje za určitého průtoku. Produkce ozonu je možné testovat díky oxidačním účinkům ozonu na jodid draselný (KI), který se oxiduje na jód. Stanovení jódu se poté určuje principem jodometrie.

Do absorpční nádoby nalijeme 12 ml 2% roztoku jodidu draselného (KI). Ve stejné době spuštění ozonizátoru, začneme měřit čas. Jakmile je uplyne stanovený čas, zdroj se vypne a celou aparaturou dále prochází plyn, který přenesení všechen ozon do absorpční nádoby, ve které dochází k reakci:



Roztok se pak kvantitativně převede do titrační baňky a okyselí koncentrovanou kyselinou sírovou a titruje se thiosíranem sodným. Jako indikátor se použije škrobový maz. Reakce probíhá takto:



Při tomto testování produkce ozonu je možné žákům zadávat příklady výpočtů množství vzniklého ozonu. Pomocí níže uvedených rovnic a objemu spotřebovaného thiosíranu a jeho koncentraci, vypočteme hmotnost ozonu.

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$n(\text{I}_2) = 1/2 \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$n(\text{I}_2) = n(\text{O}_3)$$

$$m(\text{O}_3) = n(\text{O}_3) \cdot M(\text{O}_3)$$

- Laboratorní práce č.2 – viz příloha

Spolu s výpočty množství produkovaného ozonu, je možné žákům v souvislosti s popisem konstrukce ozonizátoru, uvést některé parametry, jejichž nastavení mohou sami volit a ovlivňovat tím produkci ozonu. Propojením fyzikálních poznatků z oblasti elektrotechniky (konkrétně zapojování rezistorů a kondenzátorů) mohou sami žáci správnou úvahou nalézt nejlepší kombinaci parametrů pro zajištění nejvyšší produkce ozonu. Před zadáním úkolu je nutné zopakovat, jakým způsobem je možné zapojovat

rezistory a kondenzátory (sériově a paralelně) a jaký to má vliv na výkon zdroje napětí. Ukázat žákům zdroje vysokého napětí používané pro ozonizátor a také poukázat na to, že se s některými z nich setkávají i mimo školu. Příklady zdrojů vysokého napětí jsou například: Ruhmkorffův induktor (se kterým je možné se setkat v učebnách fyziky), automobilová cívka nebo vysokonapěťový transformátor (který je součástí např. televizorů).

Ozonolýzou je možné připravit celou řadu látek. Proto je také možné připravit řadu teoretických úkolů příprav pro žáky.

4.2 Problematika ozonu v souvislosti s tématy chemie

Téma ozon a jeho souvislostmi s ochranou životního prostředí nebo používání jako bezodpadového dezinfekčního prostředku se prolíná několika tematikami plány jak osmém ročníku, tak i v devátém ročníku ZŠ. V případě osmého ročníku je ozon zařazen do tématu kyslík a v případě devátého ročníku, lze téma ozon zařadit v souvislosti se škodlivým působením halogenderivátů uhlovodíků na ozonovou vrstvu naší planety.

V rámci možností časové dotace jednotlivým tématům je možné zařadit do výuky laboratorní práci na téma: Ozon a jeho dezinfekční a antibakteriální účinky (Laboratorní práce č.3 – příloha).

. Tato laboratorní práce se zakládá na pozorování aktivity mikroorganismů v senném nálevu pomocí mikroskopu. Na tomto principu hubení mikroorganismů a bakterií funguje využívání ozonu při likvidaci povodní viz kap. 2.2.3.

Senný nálev je možné připravit tak, že do větší zavařovací sklenice nasypeme rostlinný materiál (např. seno) nebo hlínu a pak do sklenice nalijeme vodu z přírodního zdroje a ponecháme na teplém místě. Jakmile začne nálev zahnívat, do týdne se objeví první nálevníci. Jedná se o analogii experimentu historicky prováděného k důkazu desinfekčních účinků chloru²⁶.

Jestliže máme nálev dostatečně dlouho odstátý, můžeme odebrat pipetou vodu a na podložní sklíčko umístit kapku. Poté je možné i v jednouchém světelném mikroskopu pozorovat živé prvky.

Poté co je registrováno, že v nálevu jsou opravdu živí prvoci, zavedeme trubičkou ozon připravovaný v ozonizátoru do sklenice s nálevem. Necháme zhruba 5-10 minut působit. A opět pozorujeme prvky po zavedení ozonu.

Zkoumaní prvoci již nevykazují známky aktivity a tím jsou potvrzeny účinky ozonu.

Pokud není dostupný laboratorní ozonizátor, lze žákům předvést princip přípravy ozonu i jinak. Na obrázku 27 je ukázka dekoračního předmětu, který se komerčně nazývá plazmová koule. Díky této netradiční pomůcce je možné detekovat čichem přítomnost ozonu. Stačí se koule dotknout a v místě, kde se dotýká prst koule lze ucítit ozon. Jedná se o jeden z principů přípravy ozonu kap. 2.1.2. Otázkou zda-li žáci někdy cítili v přírodě, podobnou vůni je možné připomenout vznik ozonu v průběhu bouřek, kdy výboj blesku vytváří průchodem atmosféry také ozon.



Obr.27: Plazmová koule²⁷

Zde je nutno poznamenat, že vůně ozonu je důkazem jeho vzniku ve velmi nízkých koncentracích. Ozon vznikající v laboratorních ozonizátorech, stejně jako v technických ozonizátorech, ve vyšších koncentracích nepříjemně zapáchá a má velmi dráždivé účinky. Zde je také vhodné ukázat i na jiné zdroje ozonu (výbojky, kopírky).

4.3 Zařazení problematiky laboratorních cvičení z organické chemie

Zařazení ozonolýzy betulindiacetátu do laboratorních cvičení z organické chemie na katedře chemie FPE ZČU v Plzni může rozšířit sortiment dosud prováděných prací vzhledem k možnosti jejího členění do několika etap, které lze vykonávat odděleně takto:

- 1. Etapa – seznámení se s funkcí ozonizátoru

- 2. Etapa – provedení ozonolýzy
- 3. Etapa – izolace vzniklého norketonu ,na kterou navazuje příprava analyticky čistého vzorku využívající analytickou a preparativní chromatografii

Provedení preparativní TLC lze rozdělit spolu s přípravnými fázemi rovněž na dílčí kroky takto:

- 1. Příprava preparativní TLC
- 2. Přenesení vzorku balonkem na start
- 3. Vyvolání (eluce) chromatogramu
- 4. Detekce chromatografických zón a přemístění do trubic k následné extrakci do předem odvážených baněk
- 5 Zpracování získaných extraktů spojené s kontrolou jejich složení analytickou TLC

Uvedené operace vyžadují teoretickou přípravu i experimentální provedení některých souvisejících úkolů (zhotovení balonku, vytažení kapilár, ověření získaných znalostí o TLC).

5 Závěr

V práci jsou shrnuty základní informace o vlastnostech, přípravě a technickém využití ozonu. Důraz je kladen na využití ozonu zejména ve vodárenství. Kromě ozonizace vod byly v práci zmíněny i nové technologie příprav katalyzátorů pro degradaci rezistentních antibiotik.

V závěru práce je nastíněna problematika ozonu, která je promítnuta do učiva 8. a 9. tříd ZŠ popř. tříd nižšího gymnázia spolu s praktickým námětem na laboratorní práce nebo nenáročnou ukázkou ozonu při výuce.

Vzhledem k tomu, že katedra chemie FPE ZČU disponuje několika druhy ozonizátorů, bylo přikročeno k experimentální přípravě norketonu z výchozího betulindiacetátu. K izolaci čistého norketonu byla využita preparativní chromatografie a další postupy ze semimikrotechniky.

V této souvislosti je v práci naznačena možnost začlenění ozonolýzy betulindiacetátu do laboratorních cvičení z organické chemie.

6 Seznam literatury

1. Rabinovič, V.A., Charvin, Z.J.: Stručná chemická příručka. SNTL, Praha 1985. 04-629-85.
2. Cotton, F.A., Wilkinson, G.: Anorganická chemie, Academia, Praha, 1973
3. Remy, H.: Anorganická chemie I. díl. SNTL, Praha 1972. 04-604-72.
4. Richtr V., Kraitr M.: Příprava a využití ozonu ve školních podmínkách. In: Chemie XXI (sborník katedry chemie). 2006.
5. Heslop, R.B., Jones, K.: Anorganická chemie. SNTL, Praha 1982. 04-615-82.
6. Problematika přízemního ozonu, [http://www.cenia.cz/web/www/cenia-akt-tema.nsf/\\$pid/MZPEBFL8NIS5](http://www.cenia.cz/web/www/cenia-akt-tema.nsf/$pid/MZPEBFL8NIS5), staženo 10.4.2017.
7. Ozonová vrstva, <http://www.geology.cz/mujkousekzeme/veda/dira-dosveta/ozonova-vrstva>, staženo 8.5.2017.
8. Monitorin ozonové vrstva, <http://allatra-science.org/cs/monitoring/ozone>, staženo 7.6.2017
9. McMurry, J.: Organická chemie. VUTIUM, Brno 2007. ISBN 978-80-214-3291-8.
10. Svoboda, J.: Organická syntéza I., VŠCHT Praha, 2000, ISBN 80-7080-385-1
11. Richtr V., Kraitr M. :: Tenkovrstvá chromatografie ve výuce, Sborník katedry chemie ZČU, Plzeň 2004.
12. Mikeš O. a kol.: Laboratorní chromatografické metody, SNTL, Praha 1980
13. Čeladník M., Palát K., Sova J., Waisser K.: Chemická laboratorní technika, Univerzita Karlova v Praze, Praha 1984
14. Richtr V.: Semimikrotechnika v organické chemii, Pedagogická fakulta ZČU v Plzni, Plzeň 1993
15. Dohányos M., Koller J., Strnadová N.: Čištění odpadních vod, VŠCHT, Praha 2007, ISBN 80-7080-619-2.
16. Aplikace ozonu, <http://www.aplikaceo3.cz/>, staženo 21.4.2017.
17. ozonizace pitné vody, <http://www.ozon.cz/cz/uprava-pitne-vody.pdf>, staženo 25.5.2017
18. Návod k obsluze, EFFIZONHP – generátor ozonu, Typová řada SMOevo, WEDECO, Plzeňská vodárna a.s. (interní dokumenty)

19. Richtr V., Rieger D., Vála L., Štrofová J., Kraitr M.: Příprava ozonu pro školní i laboratorní využití, Chem. Listy, 2015.
20. Informační materiály Plzeňské vodárny a.s.
21. UV zářiče, www.voda.tzb-info.cz/vlastnosti-a-zdroje-vody/9697-pouziti-uv-zareni-pro-dezinfekci-pitne-vody, staženo 16.6.2017
22. Vedlejší produkty ozonizace, www.voda.tzb-info.cz/vlastnosti-a-zdroje-vody/8568-mozna-rizika-plynouchi-z-dezinfekce-pitne-vody, staženo 30.4.2017
23. Pokorná, D., Cuřínová, P., Šnajdaufová, H., Křenek, T., Pola, M., Novák, L., Janeček, V., Pola, J.: Fentonova degradace antibiotik a jiných léčiv v odpadních vodách – vliv železnatých spinelů, Waste forum, 2017, No. 3 str.154-165
24. Vála, L., Křenek, T., Richtr, V.: Pregraduální experimentální program zaměřený na přípravu vysoce účinného katalyzátoru pro degradaci rezistentních antibiotik. In: *Sborník z mezinárodní konference „Aktuální aspekty pregraduální přípravy a postgraduálního vzdělávání učitelů chemie“*, 2017
25. Vystrčil A., Buděšínský M.: Collect. Czech. Chem. Commun. 35,295-310 (1970)
26. Přidal, A., Švehlík, Z.: Praktikum školních pokusů z chemie, Univerzita Palackého v Olomouci, 1972, ISBN 17-225-72
27. Ukázka plasmové koule, dostupné na https://www.google.cz/search?q=plazmov%C3%A1+koule&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjGwe76g-XUAhURZFAKHascD6cQ_AUIBigB&biw=1920&bih=1089&dpr=1: staženo 25.6.2017

7 Resume

This thesis is divided into three parts: theoretical, practical and didactical part. The first part describes properties, possibilities of preparation and use of ozone. The use of ozone is described in the context of water treatment, medicine, textile cleaning, and more. Furthermore, there are described the design and operating parameters of the ozone generator, owned by Plzeňská vodárna a.s.. Also described here is a new technology for the preparation of catalysts capable of degrading resistant antibiotics in water. Semi-technical methods are also mentioned here. The practical part is focused on the ozonization of betulindiacetate and its purification by means of preparative chromatography. In the didactic part, the ozone issue is outlined within the framework of educational topics in schools. Laboratory suggestions for ozonator testing are also provided.

Seznam tabulek:

Tabulka 1: Základní vlastnosti ozonu	3
Tabulka 2: Závislost rozpustnosti ozonu	10
Tabulka 3: C.T. faktor nutný k inaktivaci 99% (nebo log 2) v teplotním rozsahu 5-25°C	11
Tabulka 4: Požadavky na pracovní plyn pro používání generátorů ozónu EFIZON[®]-SMA/SMO	13
Tabulka 5: Parametry požadavků systému	14
Tabulka 6: Rozměry a hmotnost generátoru	14
Tabulka 7: Popis úbytku absorbance na čase za daných podmínek	23

Seznam obrázků

Obr.1: Rovnice rozkladu ozonu v kyselém prostředí	3
Obr.2: Tvar molekuly ozonu	4
Obr.3: Schéma rovnováhy vzniku a rozpadu ozonu	4
Obr.4: Reakce při kterých vzniká a zaniká ozon v troposféře	5
Obr.5: Stav ozonové vrstvy ke dni 7.6.2017	6
Obr.6: Princip ozonolýzy	6
Obr.7: Příklady ozonolýzy s různými reakčními podmínkami a tvorbou produktů	7
Obr.8: Ukázkový chromatogram se znázorněnými neznámými pro výpočet R_f	8
Obr.9: Generátor ozonizátoru – pohled zředu	15
Obr.10: Generátor ozonizátoru – pohled shora	15
Obr.11: Schéma ozonizátoru	16
Obr.12: Schéma Plzeňské vodárny	19
Obr.13: Schéma Plzeňské vodárny	20
Obr.14: EDS-SEM analýza filmu magnetitu na tantal deponovaného zářením Nd:YAG laseru	22
Obr.15: Změna absorpce vodného roztoku H_2O_2 a MM v přítomnosti hematitu-eskolaitu, $(Fe_{1-x}, Cr_x)_2O_3$ po 0, 60, 120, 220, 300 a 1260 minutách	22
Obr.16: Rozklad MM na filmech spinelů deponovaných Nd:YAG laserem na tantalový substrát	24
Obr.17: Ukázka chromatogramu s nedostatečným (a) a dostatečným (b) postřikem H_2SO_4	25
Obr.18: Chromatogram průběhu ozonizace	26
Obr.19: Reakční schéma ozonolýzy betulini-diacetátu	27
Obr.20: Reakční schéma redukce ozonidu	28
Obr.21: Srovnávací chromatogram betulindiacetátu a norketonu	29
Obr.22: Detekce pomocí drátu a deska připravená na sběr požadované zóny	30
Obr.23: Schéma postupu přípravy a čištění norkenu	32
Obr.24: Chromatogramy různých částí postupu	33
Obr.25: Spektra norketonu a betulindiacetátu	34

Obr.26: A: Bublinový průtokoměr – B: Padáчковý průtokoměr

– a – stupnice, b – padáček určující průtok _____ 36

Obr.27: Plasmová koule _____ 39

Seznam používaných zkratk:

ČHMÚ	-	Český hydrometeorologický ústav
DU	-	Dobsonova jednotka
EDS	-	elektronově dispersní spektrometr
GAU	-	granulované aktivní uhlí
MM	-	methylenová modř
SEM	-	skenovací elektronový mikroskop
TLC	-	tenkovrstvá chromatografie
VOC	-	organické těkavé látky

Přílohy

Laboratorní práce č.1

Stanovení průtoku plynu aparaturou ozonizátoru

Pomůcky: odměrný válec, vana nebo akvárium, zdroj plynu, stopky, voda, průtokoměr

Postup pro padáčkový průtokoměr:

Do připravené vany (nebo akvária) nalijeme vodu a naplníme odměrný válec. Poté otočíme odměrný válec dnem vzhůru tak, aby hrdlo zůstalo pod hladinou a ve válci zůstal celý objem vody. Nastavíme průtok plynu na padáčkovém průtokoměru na zvolenou hodnotu. Hadici vedoucí z průtokoměru umístíme pod hladinu vody pod válcem tak, aby všechen unikající vzduch vytlačoval vodu z válce a neunikal jinudy. Měříme čas potřebný pro vytlačení měřitelného objemu z válce. Opakujeme třikrát pro každou hodnotu na stupnici a hodnoty zprůměrujeme.

Polo ha padáčku	1. Měření (t)	2. Měření (t)	3. Měření (t)	Prů měr (t)
0,5				
1				
1,5				
2				
2,5				
3				

Postup pro bublinkový průtokoměr:

Zmáčknutím hadičky se saponátem, jej vytlačíme do proudu plynu a to vytvoří bublinu. Měříme čas, za který bublinu vytlačí určitý objem plynu.

Úkoly:

- Vyplňte tabulku pro výpočty měření průtoku na padáčkovém průtokoměru.
- Pomocí kombinace obou průtokoměrů ověřte přesnost výpočtu průtoku v prvním a ve druhém případě (srovnáním hodnot)

- Vytvořte tabulku a graf závislosti polohy padáčku na průtoku plynu (průtok uvádějte v jednotkách ml/min)

Otázky:

- Co zabraňuje vylití vody z válce, když je naplněn vodou a dnem vzhůru?
- Který průtokoměr je přesnější a proč?

Hodnocení:

Očekávaným výstupem žáka jsou správně vypracované úkoly a odpovědi na otázky.

Laboratorní práce č.2

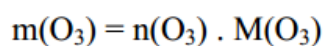
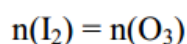
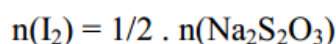
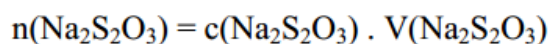
Stanovení množství ozonu

Pomůcky: odměrný válec, absorpční nádobka, titrační baňka, byreta, ozonizátor

Chemikálie: jodid draselný (KI), kyselina sírová (H₂SO₄), ozon (O₃), thiosíran sodný (Na₂S₂O₃), škrobový maz

Postup: Připravíme si 12 ml 2% roztoku jodidu draselného a nalijeme jej do absorpční nádoby. Zvolíme si požadovaný průtok a spustíme ozonizátor spolu s odpočtem času nastaveným na 5 minut. Po této době ozonizátor vypneme, ale průtok plynu neměníme, aby všechen ozon z aparatury přešel do roztoku jodidu. Pak roztok okyselíme koncentrovanou kyselinou sírovou (1,2ml) a titrujeme thiosíranem sodným s koncentrací 0,05 mol/l, jako činidlo v konečné fázi použijeme škrobový maz. Po ukončení titrace (odbarvení roztoku) odečteme hodnotu spotřebovaného objemu a výpočtem určíme hmotnost ozonu.

Rovnice:

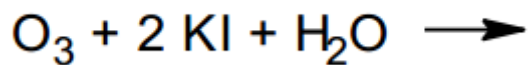


Úkoly:

- Vytvořte tabulku s naměřenými údaji a navrhnete graf závislosti průtoku na množství vyprodukovaného ozonu

Otázky:

- Jakou barvu měl roztok po přidání škrobového mazu?
- Pojmenujte produkty rovnice titrace thiosíranem sodným.
- Proč okyselujeme roztok jodidu draselného?
- Doplňte pravou stranu rovnice:



Laboratorní práce č.3

Ozon a jeho dezinfekční a antibakteriální účinky

Pomůcky: senný nálev, mikroskop a mikroskopická podložní sklíčka, pipeta, zdroj ozonu

Postup: Do zavařovací sklenice vložte rostlinný materiál (např.: seno) a zalijte vodou nejlépe z přírodního zdroje. Poté sklenici uzavřete a ponechte na teplém místě. Zhruba po 10 dnech se začnou objevovat první mikroorganismy. To ověříme pomocí mikroskopu. Na podložní sklíčko pipetou nakápneme malou část vody ze senného nálevu a pozorujeme pohyb mikroorganismů. Desinfekční účinky ozonu ověříme tak, že zavedeme ozon do nálevu a poté opět pozorujeme aktivitu mikroorganismů.

Úkoly:

- Ověřte, jak dlouho musíme působit na senný nálev ozonem, aby byla aktivita mikroorganismů minimální (nulová).

Otázky:

- Kolik možných druhů mikroorganismů jste mohli pozorovat v senném nálevu?
- Vyjmenujte tři možnosti použití ozonu pro desinfekční používání.