

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA PEDAGOGICKÁ

KATEDRA CHEMIE

**MODIFIKACE PRACOVNÍCH POSTUPŮ
V LABORATORNÍCH CVIČENÍCH Z ORGANICKÉ
CHEMIE**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Milan Kokoška

*Přírodovědná studia
obor Chemie se zaměřením na vzdělávání*

Vedoucí práce: doc. Mgr. Václav Richtr, CSc.

Plzeň 2021

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně
s použitím uvedených zdrojů.

V Plzni, 9. května 2021

.....
vlastnoruční podpis

PODĚKOVÁNÍ

Velmi rád bych tímto poděkoval panu doc. Mgr. Václavu Richtrovi, CSc. za vedení bakalářské práce, skvělý přístup v době epidemie, ochotu a cenné rady, které mi předával v průběhu psaní této bakalářské práce.

OBSAH

ÚVOD.....	1
1. TEORETICKÁ ČÁST	3
1.1. BEZPEČNOST PRÁCE A PRVNÍ POMOC	3
1.2. PRÁCE SE SKLEM.....	4
1.3. LABORATORNÍ TECHNIKY VYUŽÍVANÉ V EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI PRÁCE.....	6
1.3.1. KRYSTALIZACE.....	6
1.3.2. DESTILACE S VODNÍ PAROU.....	7
1.3.3. VAKUOVÁ DESTILACE	7
1.3.4. EXTRAKCE.....	8
1.3.5. CHROMATOGRRAFIE NA TENKÉ VRSTVĚ (TLC)	9
1.3.6. PRÁCE S BODOTÁVKEM	11
1.3.7. OZON, OZONIZÁTORY, OZONIZACE	12
1.3.8. METODY PRÁCE V SEMIMIKROMĚŘÍTKU	16
1.4. SOUČASNÝ PRŮBĚH LABORATORNÍCH CVIČENÍ.....	25
1.4.1. SEZNÁMENÍ S VYBAVENÍM CHEMICKÉ LABORATOŘE, S BEZPEČNOSTNÍMI PŘEDPISY, SE ZÁSADAMI PRÁCE, S ČINNOSTÍ OZONIZÁTORU A PŘÍPRAVNÝMI PRACEMI TLC	25
2. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	26
2.1. PROTOKOLY Z LABORATORNÍCH CVIČENÍ.....	26
2.1.1. PŘÍPRAVA ETHYLACETÁTU (ESTERIFIKACE).....	26
2.1.2. PŘÍPRAVA KYSELINY BENZOOVÉ.....	29
2.1.3. PŘÍPRAVA KYSELINY ADIPOVÉ.....	31
2.1.4. PŘÍPRAVA NITROBENZENU	33
2.1.5. PŘÍPRAVA 2-NITROFENOLU A 4-NITROFENOLU.....	35
2.1.6. IZOLACE PŘÍRODNÍ LÁTKY – KOFEIN.....	37
2.1.7. CHROMATOGRRAFIE NA TENKÉ VRSTVĚ (TLC) – BETULIN.....	38
2.2. MODIFIKACE VYBRANÝCH PRACOVNÍCH POSTUPŮ ZA POUŽITÍ METOD SEMIMIKROTECHNIKY	41
2.2.1. PŘÍPRAVA ETHYLACETÁTU	41
2.2.2. PŘÍPRAVA KYSELINY ADIPOVÉ.....	41
2.2.3. PŘÍPRAVA NITROBENZENU	42
2.2.4. PŘÍPRAVA 2-NITROFENOLU A 4-NITROFENOLU.....	42

3. VÝBĚR DALŠÍCH EXPERIMENTŮ	43
3.1. PŘÍPRAVA BENZENU	43
3.2. PŘÍPRAVA BUTYLACETÁTU	44
3.3. PŘÍPRAVA ANTRACHINONU	45
3.4. IZOLACE KMÍNOVÉ SILICE	45
4. ZÁVĚR.....	46
RESUMÉ	47
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	49
SEZNAM OBRÁZKŮ	51
SEZNAM ZKRATEK	52

ÚVOD

Laboratornímu cvičení z organické chemie předchází cvičení z laboratorní techniky a laboratorní cvičení z anorganické chemie. Teoreticky by studenti měli mít zvládnutou obecnou chemii, anorganickou a organickou chemii.

Protože výuka probíhá v rámci výukového týdne dle rozvrhu, je výběr prací volen tak, aby prováděné práce zahrnovaly, pokud možno, nejširší spektrum pracovních operací a mohly být téhož dne dokončené, případně mohly být dokončené po týdenním přerušení. Díky tomu, že výuka probíhá s denní dvojnásobnou dotací polovinu semestru, v průběhu let se výběr prací ustálil na několika pracích, které budou uvedeny i se zdůvodněním jejich významu dále.

Tato bakalářská práce má na základě mnou získaných zkušeností absolvováním celého výukového semestru cvičení zhodnotit a na základě použitých a citovaných zdrojů navrhnout další vhodné experimenty, které by mohly posloužit pro rozšíření celého cvičení z organické chemie a obohatit tak výuku o laboratorní metody semimikrotechniky, případně alternovat některým pracím stávajícího cvičení.

V současné době je laboratorní cvičení z organické chemie strukturováno takto:

1. cvičení – Seznámení s vybavením chemické laboratoře. Seznámení s bezpečnostními předpisy, se zásadami práce, s činností ozonizátoru a přípravnými pracemi TLC. Teoretické zadání pro laboratorní cvičení č. 2.
2. cvičení – Příprava ethylacetátu (esterifikace). Zadání práce na laboratorní cvičení č. 3.
3. cvičení – Příprava kyseliny benzoové a adipové. Zadání práce na laboratorní cvičení č. 4 (nitrace). Zahájení některých přípravných prací pro izolace přírodních látek.
4. cvičení – Příprava nitrobenzenu, zahájení nitrace fenolu. Seznámení s bodotávkem, postupné stanovování teplot tání všech, i později připravovaných, pevných produktů.
5. cvičení – Zpracování nanitrovaného fenolu, destilace s vodní parou, izolace přírodních sloučenin.
6. cvičení – Izolace 4-nitrofenolu, dokončování izolací přírodních látek a stanovování teplot tání pevných látek. TLC březového extraktu (směsi bezbarvých látek) a extraktu papriky (směsi barevných látek).

Protože některé práce, hlavně stanovení teplot tání a tavení betulinu s KHSO_4 s následnou TLC („thin-layer chromatography“, v překladu chromatografie na tenké vrstvě) produktu tavení, vzhledem k omezenému přístupu na bodotávek, nebyly všemi studenty dokončeny, jsou dokončovány individuálně po dohodě s vyučujícím v osobním volnu jednotlivých studentů.

1. TEORETICKÁ ČÁST

V této části bakalářské práce je nutné se zmínit o bezpečnosti práce a první pomoci, což je nevyhnutelná náplň prvního cvičení každé praktické výuky v laboratoři. V laboratorních cvičeních je zařazena také základní práce se sklem. S touto prací i s vlastnostmi skla se studenti seznámili již v laboratorní technice. Zde dochází k praktickému připomenutí a využití dříve nabytých zkušeností. Další pozornost je věnována typům reakcí a sloučenin, které po mnoha letech praxe určily hlavní obsah laboratorních cvičení z organické chemie. Jedná se hlavně o přípravu těchto sloučenin ve školních laboratorních podmínkách. Při zařazení vybraných reakcí a příprav jednotlivých sloučenin do laboratorních cvičení byla na prvním místě sledována bezpečnost studentů a jednoduchost či názornost provedení jednotlivých typů reakcí a postupů.

1.1. BEZPEČNOST PRÁCE A PRVNÍ POMOC

Během laboratorních cvičení jsou používány látky, které mohou být toxické a jedovaté. Velmi nebezpečná jsou organická rozpouštědla. Nejen, že jsou tyto látky hořlavé, určité směsi par se vzduchem dokonce výbušné, ale mohou do těla snadno proniknout kůží nebo dýchacím systémem v podobě výparů, kde způsobují poškození organismu. K zajištění bezpečnosti v laboratoři musí být dodržována určitá pravidla¹. Se základními pravidly bezpečnosti práce se studenti setkali již v předchozích cvičeních. V praktiku z organické chemie hrozí i nebezpečí nová, uvedená v literatuře¹ i u vchodu do laboratoře. Z těchto předpisů jsou nejdůležitější tato pravidla, z nichž některá jsou dále rozvedena:

- Při práci používáme plášť, případně další ochranné prostředky,
- nenecháváme rozdělanou práci bez dozoru,
- uklizený pracovní prostor,
- vhodně připravená chemická aparatura,
- v laboratoři zásadně nepijeme a nejíme,
- nikdy nepipetujeme ústy, ale používáme pipetovací balónek,
- na chemikálie nesaháme, vždy používáme lžičku nebo pinzetu¹.

Mezi nejčastější úrazy patří pořezání od skla, poleptání, otravy či úrazy očí. Opatrní musíme být především při zasouvání zátek do baněk a při zasouvání trubičky

či teploměru do zátky, aby nedošlo k prasknutí skla. Zde je velké riziko pořezání, případně propíchnutí dlaně. K poleptání dochází nejčastěji kyselinami, fenolem, hydroxidy, chloridy kyselin apod. Vzhledem k tomu, že v laboratoři nic nekonzumujeme, neměl by nastat případ, že by k otravě došlo orální cestou. V úvahu tak připadá pouze otrava vdechnutím plynné látky, případně vstřebáním přes kůži. U obou případů musíme být obezřetní a pracovat s ochrannými pomůckami a pokusy s jedovatými plynnými látkami provádět zásadně v digestoři. Vzhledem k hořlavým vlastnostem mnohých organických látek, především rozpouštědel, nesmíme opomenout ani možnou explozi během pokusu a vznik požáru. Základním pravidlem je nezahřívát přímým plamenem, ale použít například vodní lázeň, zpětné chladiče a varný kamínek (k zamezení utajeného varu) v kádince s kapalinou. Varný kamínek do kádinky vhodíme vždy před samotným začátkem zahřívání¹.

Prevence a dodržování bezpečnostních pravidel je vůbec nejlepší ochranou. Pokud už v laboratoři ale nastane extrémní situace, která si žádá ošetření případného úrazu, je dobré vědět, jak se v takové situaci zachovat a podle typu poranění poskytnout první pomoc. Uvedu zde jen nejčastější poranění. V případě otravy vdechnutím plynné látky je důležité přenést dotčeného na čerstvý vzduch, ochránit ho před dalšími jedovatými výpary a co nejvíce omezit jeho fyzickou námahu. Při otravě orální cestou je důležité pečlivě vyplachovat ústa vodou a maximálně do 15 minut po požití vyvolat zvracení. Při poleptání kůže a úrazu očí je první pomoc téměř stejná, hlavní roli zde hraje voda. Poraněnou kůži žíravinou omýváme pod tekoucí vodou, ale popáleniny ošetříme čistým ethanolem, abychom zabránili vytvoření puchýřů. Zasažené oči vyplachujeme pouze vodou, vždy ve směru od vnitřního k vnějšímu koutku oka, tím předejdeme poranění slzných kanálků a nosní sliznice¹.

1.2. PRÁCE SE SKLEM

Sklo je hlavní materiál, ze kterého je zhotovena většina laboratorních pomůcek. Mnohem více je zastoupeno tvrdé sklo, jehož hlavní vlastností je vysoká tepelná odolnost a nízká tepelná roztažnost, což se projevuje ve vyšší odolnosti vůči rychlým změnám teploty a mnohem lépe vzdoruje chemikáliím². V laboratorních cvičeních je při práci se sklem kladen velký důraz na bezpečnost a opatrnost. Velmi snadno může nevhodnou manipulací dojít k poranění. Obecně se dá říci, že každý, kdo pracuje v laboratoři, zejména pak při pokusech z organické chemie, by měl zvládnout alespoň nejzákladnější

postupy zpracování skla. K hlavním úkolům s měkkým sklem (převážně s trubičkami) postačí obyčejný kahan, pro práci s tvrdým sklem je pak zapotřebí kahan sklářský. Pro potřeby k procvičení práce se sklem během laboratorních cvičení však postačí klasický laboratorní kahan².

Jedním z úkolů je řezání skleněných trubic. K tomu využijeme nůž na sklo nebo pilník a v místě, kde chceme tubici rozříznout provedeme hluboký vryp. Menší průměr trubice než 10 mm pak snadno zlomíme v ruce tak, že tubici držíme oběma rukama těsně u vrypu a silou spíše táhneme obě strany od sebe, než abychom je lámali. Pokud by měl někdo obavy z pořezání, je vhodné při oddělení použít nějakou tkaninu. Trubice s větším průměrem nebo trubice, které jsou příliš krátké oddělujeme odpuknutím. Principem této techniky je přiložení tenké skleněné a do červeného žáru rozžhavené tyčinky ke vrypu a tepelným šokem vytvoříme prasklinu po celém obvodu. Všechny ostré hrany můžeme po lomu otavit nad kahanem v plameni².

Dalším úkolem práce se sklem během laboratorních cvičení je ohýbání trubic. Trubici za neustálého otáčení pomalu zahřejeme a samotné ohýbání vykonáme po změknutí skla mimo plamen. Je důležité odhadnout správnou teplotu, kdy se trubice může ohnout, ale nedojde k její deformaci. Aby nedošlo k deformaci, je také nutné tubici zahřát rovnoměrně a samotný ohyb provést postupně, nikoli prudce¹.

Mezi další běžné úkoly patří vytažení kapiláry a zhotovení balónku. Pravidelného zúžení dosáhneme pouze u rovnoměrně zahřáté trubice. Kapiláry můžeme vyrobit buď silnostěnné tak, že v plameni během zahřívání trubic stlačíme oběma konci směrem k sobě a až poté mimo plamen vytahujeme ve svislé poloze, nebo slabostěnné, kdy se kapilára po intenzivním zahřátí ihned vytahuje ze širší trubice¹. Balónek zhotovíme z trubice o průměru přibližně 1 cm s tenkými stěnami, konkrétně jejich vytažením a zúžením asi na 2 mm na obě strany. Jeden konec uzavřeme zatavením nad plamenem, střed zahřejeme za neustálého otáčení a po změknutí mimo plamen vyfoukneme, opět za stálého otáčení. Balónek nakonec mírně protáhneme, aby z něho mohla kapalina lépe odtékat. Abychom se ujistili, že je balónek správně zhotovený, poklepeme s ním na dřevěnou plochu a pokud nepraskne, byla práce úspěšná².

K náročnějším úkonům patří spojování trubic. Principem je stavení dvou trubic k sobě, to však lze jen u trubic s velmi podobným bodem měknutí a tepelnou roztažností. Konec jedné z trubic uzavřeme tavením nad plamenem a oba konce, které chceme stavět k sobě mírně otavíme v plameni až do změknutí. Poté je ihned přiložíme k sobě a silným

plamenem spoj zpevníme. Po mírném vyfouknutí opět zahřejeme a lehce povytáhneme, tím zajistíme po celé délce trubice její podobný průměr¹.

1.3. LABORATORNÍ TECHNIKY VYUŽÍVANÉ V EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI PRÁCE

V laboratorních cvičeních uplynulých semestrů se studenti setkali s řadou pracovních technik. Laboratorní cvičení z organické chemie probíhající ve struktuře uvedené v úvodu vyžadují seznámení s dalšími technikami jak z oblasti izolací, tak identifikací sloučenin. Studenti jsou seznamováni jak se standardní koncepcí laboratorních technik (makrotechnika), tak s principy a některými metodami semimikrotechniky.

1.3.1. KRYSTALIZACE

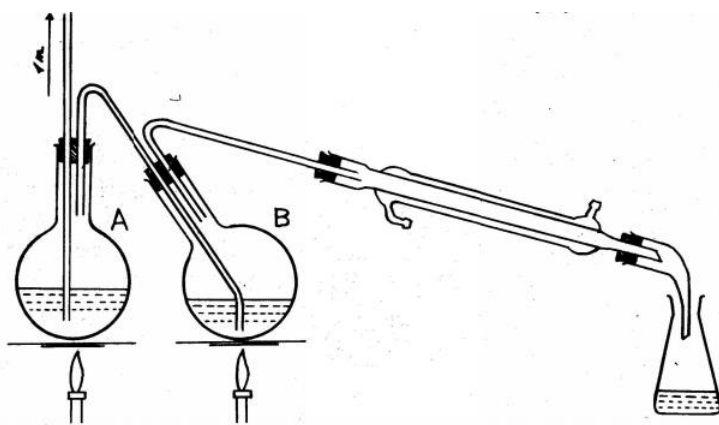
Krystalizace je jednou z nejčastějších a nejúčinnějších čistících metod, při které se směs látek za horka rozpustí v rozpouštědle a následně se roztok ochladí, aby námi požadovaná látka z roztoku, případně taveniny, vykristalovala³. Tento postup je často potřeba opakovat k dosažení co nejlepší čistoty¹. Zmíněné rozpouštědlo však musí být takové, aby požadovaná látka krystalovala, ale ostatní nechtěné látky v něm zůstaly rozpuštěné. Ke krystalizaci je žádoucí použít takové rozpouštědlo, které s krystalovanou látkou nijak nereaguje. Trnka² uvádí, že: „*Je vhodné takové rozpouštědlo, ve kterém se značně liší rozpustnost krystalované látky za tepla a za chladu.*“ Roztok po krystalizaci s rozpuštěnými nežádoucími látkami nazýváme matečný louh³. V organické chemii se jako rozpouštědla ke krystalizaci využívají zejména estery, alkoholy, ethery a voda pro soli a sulfonové kyseliny. Často se používají i směsi dvou různých rozpouštědel, kdy jedno krystalovanou látku rozpustí snadno a ve druhém je jen mírně rozpustná. Je zřejmé, že krystalizaci můžeme použít pouze pro čištění pevných látek⁴. Mezi největší výhody krystalizace řadíme:

- Oddělení látek o stejném bodu tání,
- oddělení látek o podobné rozpustnosti,
- čištění látek v malých množstvích⁴.

S krystalizací je úzce spjatý pojem bod tání, který je vhodným ukazatelem čistoty vykristalované organické látky⁴. V experimentální části této bakalářské práce bude stanovována teplota tání připravených organických pevných látek na bodotávku.

1.3.2. DESTILACE S VODNÍ PAROU

S jednoduchou destilací jsme se setkali již v předchozích semestrech. V laboratorních cvičeních z organické chemie se setkáme s novými typy destilace. Jedním z nich je destilace s vodní parou. Tato metoda je vhodná pro látky, které jsou nemísitelné s vodou. Dále tuto metodu můžeme použít k čištění mnoha látek s vysokým bodem varu pomocí destilace za nízké teploty¹. Destilaci s vodní parou můžeme také využít k dělení různých izomerů a izolaci řady přírodních sloučenin (např. vonných látek). V této bakalářské práci, konkrétně v její experimentální části (viz kap. 2.1.5.) se budu zabývat dělením 2-nitrofenolu od 4-nitrofenolu. Trnka² uvádí, že: „*Princip metody spočívá na využití Daltonova zákona, podle něhož celková tenze par nad směsí kapalin se rovná součtu parciálních tlaků nad jednotlivými složkami. Přidáme-li tedy k destilované látce vodu, je celkový tlak nad touto heterogenní směsí složen z parciálního tlaku látky a vody, teplota varu takové směsi je tedy nižší než teplota varu samotné destilované látky.*“ Schéma destilační aparatury pro destilaci s vodní parou je znázorněné na obr. 1. Tato aparatura může být výhodně modifikována náhradou baňky B baňkou frakční, čímž se zjednoduší napojení chladiče (viz obr. 22 v kap. 2.1.5.).

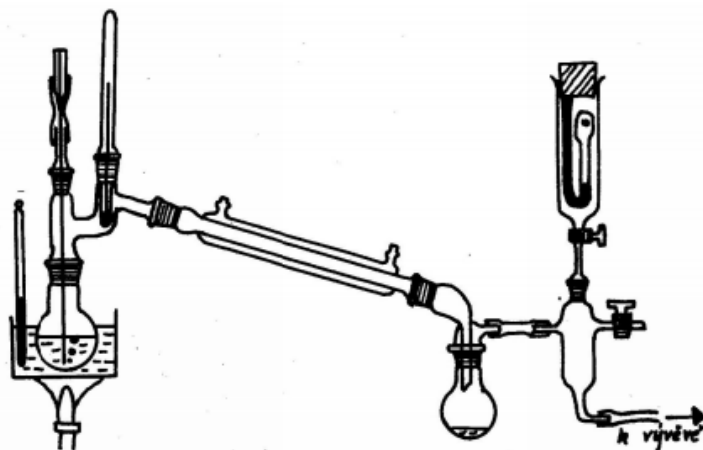


Obr. 1 Aparatura pro destilaci s vodní parou (převzato z ¹)
A – baňka pro vyvíjení vodní páry
B – destilační baňka s destilovanou látkou

1.3.3. VAKUOVÁ DESTILACE

Tato destilace je běžně uváděná jako destilace za sníženého tlaku. Klinotová¹ uvádí, že: „*Destilaci za sníženého tlaku užíváme pro látky, které by se při destilaci za atmosférického tlaku rozkládaly a dále pro látky vysokovroucí, u kterých je obtížné docílit vyhřátí destilační aparatury až k postrannímu odvodu (teploty přes 160 °C).*“ Schéma aparatury je uvedeno na obr. 2. Destilaci za sníženého tlaku používáme také u látek, které

mají velmi nízký rozdíl jejich bodů varu, protože tento rozdíl mezi body varu zvětšíme právě snížením tlaku a rozdělení látek při destilaci je tak účinnější. Obecně platí, že při poklesu tlaku na polovinu se bod varu sníží o 10–12 °C, samozřejmě ale musíme brát v potaz, že závislost bodu varu na hodnotě tlaku je pro jednotlivé látky odlišná¹. Herchel⁵ uvádí, že: „*Použitím dobré vodní vývěvy je možno snížit teplotu varu vysokovroucích kapalin až o 80–90 °C, použitím olejové vývěvy ještě o dalších 40 °C.*“ Během destilace používáme baňky, které musí být značně odolné z důvodu nebezpečí možné imploze. Vzhledem k tomuto riziku vždy během vakuové destilace používáme ochranný štít. Při této destilaci využíváme baňky s kulatým dnem bez rýh na povrchu¹. Vakua dosáhneme připojením k vodní nebo olejové vývěvě podle potřebného tlaku k destilaci. K sestavení destilační aparatury používáme mj. speciální silnostěnné gumové hadice².



Obr. 2 Aparatura pro destilaci za sníženého tlaku (převzato z¹)

1.3.4. EXTRAKCE

Extrakce je metoda k izolaci látky z pevné nebo kapalné fáze tak, že námi požadovaná látka je za horka extrahována (převedena) do rozpouštědla, které je následně odděleno, nejčastěji oddestilováním⁴. Rozpouštědlo volíme podle těchto zásad:

- Látka k izolaci v něm musí být snadno rozpustná,
- rozpouštědlo musí mít nízkou teplotu varu, aby se dalo dobře oddestilovat,
- nesmí s izolovanou látkou reagovat⁴.

Jako rozpouštědla k extrakci zpravidla volíme ether, benzen a chloroform⁴.

Pokud extrahujeme pevnou látku, je vhodné ji před extrakcí rozmělnit nebo rozdrtit³. Samotnou extrakci pak můžeme provádět za horka, ale i za studena zejména u látek, které jsou při nízké teplotě snadno rozpustné a jsou citlivé k vyšší teplotě. Jednou z metod takové extrakce je macerace, kdy pevnou látku opakovaně za chladu proléváme

vždy čerstvým rozpouštědlem. Extrakci za horka můžeme provést tzv. digerováním, což je metoda, při které pevnou látku několikrát vyvaříme čerstvým rozpouštědlem pod zpětným chladičem. Jedná se však o diskontinuální průběh extrakce, který můžeme nahradit Soxhletovým extraktorem⁴. Schéma Soxhletova extraktoru je uvedeno na obr. 13 v kap. 1.3.8. Jeho hlavní výhodou je extrakce za horka vždy čerstvým rozpouštědlem, a navíc kontinuálním průběhem⁶. Soxhletův extraktor lze různě modifikovat (viz obr. 14 v kap. 1.3.8.).

V případě extrakce kapalně látky můžeme použít metodu vytřepávání v dělicí nálevce, kdy se směs látek promíchá s extrakčním činidlem a po chvilce stání se kapalně fáze od sebe oddělí. Spodní fázi pak jednoduše vypustíme kohoutem dělicí nálevky⁵.

1.3.5. CHROMATOGRRAFIE NA TENKÉ VRSTVĚ (TLC)

Chromatografické metody jsou v současnosti velmi používané k oddělování složek ze směsí. Pacák³ uvádí, že: „*Jejich princip spočívá v dělení složek směsi mezi dvě navzájem nemísitelné fáze.*“ K dělení složek dochází v závislosti na jejich odlišné migraci v různém prostředí⁷. Nemísitelné fáze tvoří stacionární (nepohyblivá) a mobilní (pohyblivá) fáze. Stacionární fáze je tvořena tuhým adsorbentem (silikagel, Al₂O₃, aktivní uhlí, papír), nebo kapalinou zachycenou na pórovitém nosiči⁴. Zakotvenou fází pak protéká fáze mobilní, kterou tvoří kapalina nebo plyn. Podle toho dělíme chromatografii na kapalinovou nebo plynovou⁷. Dalším možným dělením chromatografie je dělení podle stacionární fáze na chromatografii adsorpční (nepohyblivá fáze je pevná látka) a rozdělovací (stacionární fáze je kapalina)². Posledním možným dělením je podle způsobu provedení. Chromatografii pak můžeme rozdělit na papírovou, plynovou, sloupcovou a na chromatografii na tenké vrstvě (TLC)¹. Dělení látek se uskutečňuje podle mechanismů probíhajících na základě volby typu materiálu, tomu musí odpovídat i typ mobilní fáze. Dělení pak může probíhat adsorpcí, výměnou iontů či rozdělovacím mechanismem⁷.

Chromatografie na tenké vrstvě (TLC) využívaná v našich laboratorních cvičeních je typem adsorpční chromatografie, jejíž stacionární fází tvoří pevná látka a mobilní fáze je tvořena kapalinou⁴. TLC je snadná, ale velmi účinná metoda sloužící k pozorování průběhu chemických reakcí. Je vhodné ji využít také jako ukazatel čistoty produktů⁸.

Pojem adsorpční chromatografie znamená, že pevné látky nepohyblivé fáze jsou schopné na svém povrchu navázat látky mobilní fáze. Tato schopnost se vázat je ovlivněna mnoha faktory, například povrchovou vlastností adsorbentu, jeho chemickými vlastnostmi (hydrofobní či hydrofilní charakter), a také rozpouštědlem, odkud se látka adsorbuje. Velmi důležité k úspěšné chromatografii je tedy zvolit vhodný adsorbent a rozpouštědlo⁴.

Při chromatografii na tenké vrstvě (TLC) protéká mobilní fáze tenkou vrstvou nosiče stacionární fáze (sorbentem), která je volně rozprostřena nebo pevně ukotvena na vhodném podkladu (skleněná deska nebo fólie). Nosičem pevné fáze může být například silikagel nebo oxid hlinitý⁴. Jednotlivé složky směsi jsou rozděleny na základě rozdílné interakce se sorbentem⁸.

Postup práce této chromatografické metody není nijak složitý. Na podkladové fólii s pevnou fází vytvoříme startovní čáru a na ni naneseeme vzorek zkoumané látky v kapce rozpouštědla. Podkladovou desku následně uložíme do skleněné nádoby s mobilní fází. Jakmile pohyblivá fáze dosáhne téměř konce fáze stacionární, podkladovou desku vyjmeme a necháme vyschnout a následně můžeme provést detekci⁷. Mezi obecné metody detekce patří postřik desky 10% kyselinou sírovou a následné zahřátí na vařiči¹. Organická látka reakcí s kyselinou sírovou zuhelnatí a na podkladové destičce po ní zůstane dobře viditelná stopa. Jiný typ detekce pak využívá páry jódu ze směsi jódu a oxidu hlinitého¹. Metodou detekce může být také použití UV záření, při práci s adsorbenty obsahujícími indikátory, které jsou pod UV světlem dobře viditelné⁸.

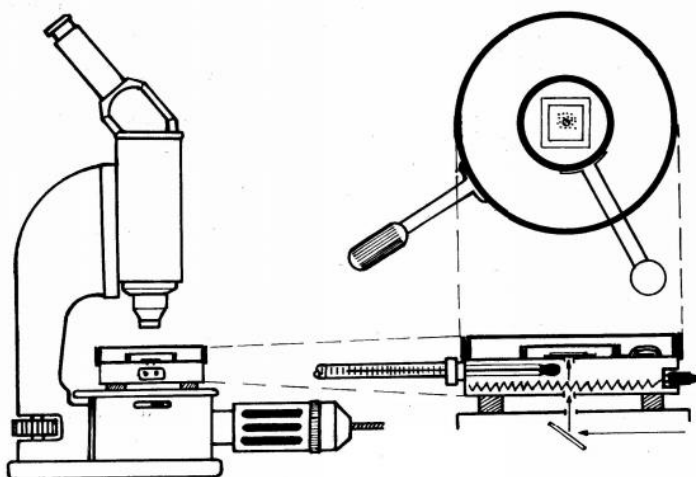
Literatura⁸ uvádí, že: „Vzdálenost, kterou skvrna urazí při analýze na tenké vrstvě, závisí na polaritě látky a polaritě rozpouštědla. Polárnější látky jsou více zadržovány polárními skupinami silikagelu nebo jiné stacionární fáze. Na druhé straně látka o dané polaritě urazí větší vzdálenost při použití rozpouštědla o vyšší polaritě, zároveň však také dochází k jejímu většímu rozmývání. Vzdálenost skvrny a její tvar může také být významně ovlivněn rozpustností látky v mobilní fázi. Vzdálenost, kterou látka urazí na dané destičce v daném rozpouštědle je nepřímo úměrná její polaritě a udává se pomocí veličiny R_F (retardačního faktoru), která je dána rovnicí: $R_F = a / b$, kde a je vzdálenost mezi startem a středem skvrny, b je vzdálenost mezi startem a čelem rozpouštědla.“ Hodnota R_F však není při chromatografii na tenké vrstvě tolik spolehlivá, proto je k vyhodnocení chromatogramu vhodnější použít přímé porovnání se vzorkem či standardem¹.

1.3.6. PRÁCE S BODOTÁVKEM

V laboratorních cvičeních z organické chemie se setkáváme s řadou pevných a krystalických látek, u kterých určujeme teplotu tání. Jednotlivé látky mají konkrétní bod tání, při kterém se začíná rozkládat krystalická struktura dané látky. Touto metodou můžeme ověřit čistotu dané látky, pokud známe její bod tání z literatury. U čistých látek nepřesahuje rozdíl teplot mezi počátkem tání a úplným roztáním $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (cit.¹). Pokud látka není čistá, tak se bod tání dané látky snižuje, k tomu stačí již velmi malé množství nečistot. Současně se snížením bodu tání se zvětšuje rozdíl mezi teplotami při počátku tání a úplným roztáním¹.

Ke stanovení teploty tání v laboratorních cvičeních používáme tzv. Koflerův blok neboli bodotávek s mikroskopem, znázorněný na obr. 3 (cit.¹). Jedná se o elektricky vyhřívaný blok, na kterém je zkoumaná látka umístěna pod mikroskop. Teplotu regulujeme pomocí reostatu a zvyšujeme ji postupně tak, aby stoupala přibližně o $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ za minutu. Jakmile se přiblížíme k teplotě tání, rychlost zvyšování teploty snížíme, abychom dosáhli co nejpřesnějšího výsledku. Používané přístroje mají do zorného pole mikroskopu vestavěný teploměr, abychom mohli chování vzorku i teplotu sledovat současně¹.

Alternací Koflerova bloku může být určení teploty tání v tenkostěnných kapilárách zahříváných ve vhodné lázni. Při této metodě uzavřeme látku, jejíž teplotu tání se chystáme měřit, v zatavené kapiláře připevněné k teploměru a vložené do lázně, která je stabilní až do předpokládané teploty tání zkoumané látky⁹.



Obr. 3 Koflerův blok s mikroskopem – bodotávek (převzato z ¹)

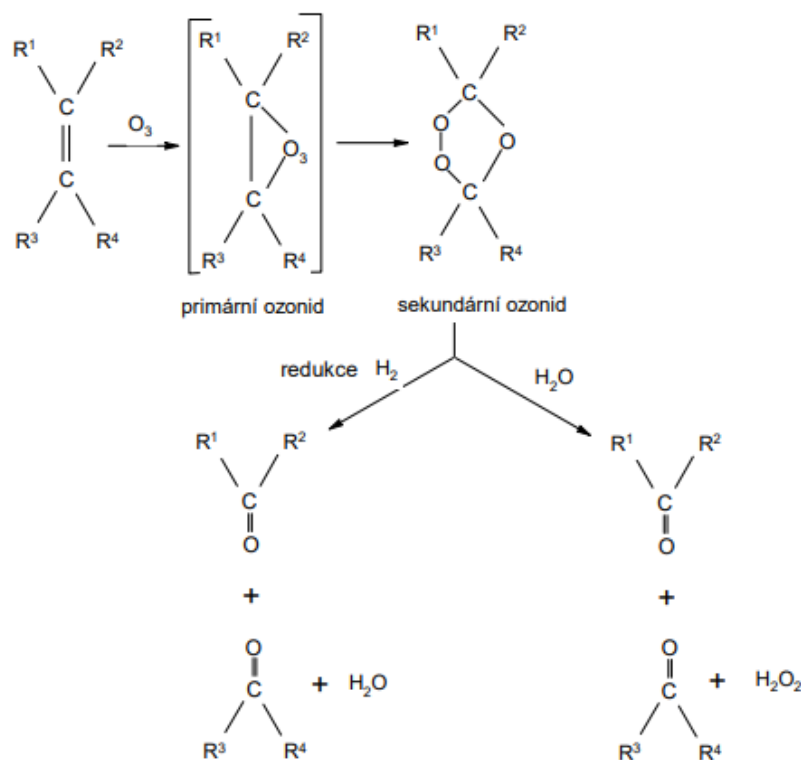
1.3.7. OZON, OZONIZÁTORY, OZONIZACE

Pod pojmem ozon si většina lidí představí plyn ve stratosféře tvořící ozonovou vrstvu, která nás chrání před UV zářením, a také si ho spojuje s charakteristickou vůní vzduchu po bouřce. V dnešní době je ozon veliké téma, co se týče životního prostředí, protože používáním většího množství freonů a jiných halogenových polutantů dochází k likvidaci ozonu ve stratosféře a tvorbě ozonových děr. To je jeden z hlavních světových problémů¹⁰.

Ozon je nestálý, reaktivní plyn s typickým zápachem, přičemž jeho kapalná i pevná forma jsou velmi výbušné. Od klasické dvouatomové molekuly kyslíku se liší jedním atomem kyslíku navíc, je proto známý také jako aktivní kyslík (O_3). Ozon má silné oxidační schopnosti a s organickými sloučeninami, které obsahují dvojnou vazbu, tvoří tzv. ozonidy. V praxi se díky svým vlastnostem využívá především k dezinfekci ozonem neboli ozonizaci. Značné uplatnění má při dezinfekci vody, kde stále více nahrazuje chloraci při úpravě vody a také jako bělicí prostředek v průmyslu¹⁰.

Ozonizace pro preparativní účely se dnes provádějí tak, že se do chlazeného roztoku nenasycené látky vhání kyslík s obsahem 2–5 % ozonu, přičemž obsažené rozpouštědlo musí být k ozonu stabilní¹⁰.

Jeho schopnost atakovat dvojnou vazbu se používá při přípravě karboxylových a zejména karbonylových sloučenin. V prvním stupni vzniká primární ozonid, který následně přesmykuje na sekundární ozonid a ten se hydrolyticky nebo redukčně rozkládá (ozonolýza) na konečné karbonylové sloučeniny. Jakou metodu zvolíme určíme na základě charakteru karbonylových sloučenin, které rozkladem vznikají. V případě ketonů volíme metodu hydrolytického rozkladu, v případě aldehydů pak spíše metodu redukce nebo katalytickou hydrogenaci (viz obr. 4). U ozonolýzou vzniklých karbonylových sloučenin dnes není obtížné určit pomocí spektrálních metod jejich přesnou strukturu a na základě těchto struktur následně můžeme určit strukturu původní nenasycené sloučeniny neboli olefinu¹⁰.



Obr. 4 Ozonolýza nenasycených sloučenin (převzato z ¹⁰)

Ozonizátor již svým názvem napovídá, že se jedná o přístroj vytvářející ozon. V průmyslu vytváří obrovské ozonizátory až několik tun ozonu každý den. V našich laboratorních podmínkách vyrobíme množství ozonu řádově v mg za minutu¹⁰.

Ozonizátor se skládá z ozonizační trubice, nebo více trubic, které jsou připojeny ke zdroji napětí. Pokud chceme znát množství vznikajícího ozonu, je důležitým doplňkem průtokoměr, který je nutné nejdříve kalibrovat pro určitý průtokový rozsah. Autoři¹⁰ uvádí: „Má-li být ozonizátor použit pro preparativní účely, je vhodné znát jeho charakteristiku (celkové množství produkovaného ozonu za minutu a koncentraci ozonu v ozonizované směsi při daném průtoku). K tomu účelu se nejčastěji využívá titrace jodu uvolněného při reakci ozonu s jodidem draselným v neutrálním prostředí.“

Při použití Ruhmkorffova induktoru napájeného Ni-Fe články bylo docíleno na ozonizačních trubicích napětí v rozmezí 25–85 kV (cit.¹⁰).

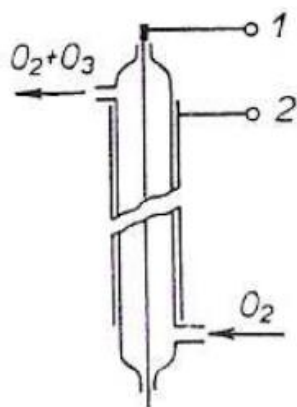
Hlavní částí ozonizátoru jsou ozonizační trubice (viz obr. 5). Uvnitř vytvořeného skleněného válce je umístěna jedna elektroda a na povrchu elektroda druhá. Díky vysokému napětí pak mezi elektrodami vzniká výboj. V našich laboratorních podmínkách bychom těžko použili ozonizační trubice větších rozměrů, proto je zde uveden menší typ, tzv. Kláskovy trubice. Tyto ozonizační trubice jsou konstruované výhradně pro metody práce v semimikroměřítku. Trubice je tvořena skleněnou trubkou o průměru 8 mm a délce

160 mm. Na obou jejích zakončeních je zúžena do kapiláry o délce 10–20 mm. Asi 5 mm od obou míst, kde se trubice zužuje, jsou přitaveny tzv. olivky pro přívod kyslíku na jednom konci a odvod ozonu ve směsi s kyslíkem na konci druhém. V zúžených kapilárách ozonizační trubice je umístěn poniklovaný drát, který má funkci jedné elektrody. Na vnější části ozonizační trubice je umístěna hliníková fólie, která tvoří druhou elektrodu. Obě elektrody jsou připojeny ke zdroji vysokého napětí. Zapojením více takto zkonstruovaných trubic do série můžeme vytvořit ozonizační baterii, kterou následně připojíme na již zmíněný induktor¹⁰.

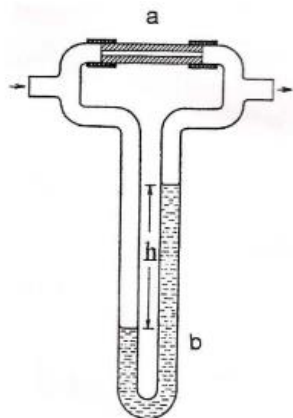
Literatura^{9,10,11} dále uvádí i jiné modifikace ozonizačních trubic.

V laboratoři katedry chemie FPE ZČU v Plzni je využíván ozonizátor konstruovaný pro ozonizace menších množství látek, využívající zvláště zkonstruovaný zdroj napětí, který odstraňuje nepohodlnou manipulaci s bateriemi a umožňuje náhradu Ruhmkorffova induktoru zapalovací cívkou z automobilu¹¹.

Průtok ozonizovaných plynů můžeme měřit pomocí průtokoměrů. Mezi základní a nejčastěji používané typy patří kapilární průtokoměr neboli reometr (obr. 6). Tento typ je vhodný pro rozdílné rozsahy průtoků plynu díky vyměnitelné kapiláře. Principem fungování tohoto průtokoměru je rozdíl mezi tlaky na začátku zúžení (zvýšení tlaku) a na jeho konci (pokles tlaku). Rozdíl mezi tlaky můžeme určit pomocí manometru, kde dojde ke změně výšek hladiny určité kapaliny v obou částech a zmíněný rozdíl (h) mezi oběma hladinami nás zajímá. Kapaliny v reometru tvoří nejčastěji voda, vhodné jsou i jiné kapaliny, které ovšem nesmí s plynem nijak reagovat^{9,10}.

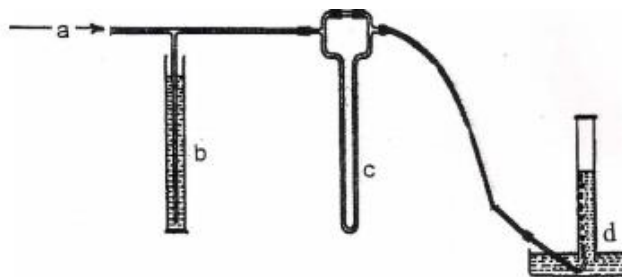


Obr. 5 **Ozonizační trubice** (převzato z ¹⁰)
 1 – poniklovaný drát (1. elektroda)
 2 – hliníková fólie (2. elektroda)



Obr. 6 **Kapilární průtokoměr** (převzato z ¹⁰)
 a – vyměnitelná kapilára
 b – manometr

Při změně rozsahu použití reometru volíme jiný typ kapiláry, a proto je velmi důležité průtokoměr kalibrovat (viz obr. 7). Literatura¹⁰ uvádí: „Při kalibraci průtokoměru postupujeme tak, že do něho přivádíme plyn pod stálým přetlakem. Tento přetlak nastavíme redukčním ventilem tlakové láhve s použitým kyslíkem, nebo vřazením vyrovnávače tlaku, kde je přetlak nastavitelný hloubkou ponoření trubice do kapaliny, případně hustotou použité kapaliny ve válci (b). Jakmile se kapalinový sloupec manometru ustálí, změříme rozdíl hladin manometru a objem plynu, který vyteče za časovou jednotku z druhého ramene manometru. Plyn jímáme do odměrného válce potřebného objemu.“



Obr. 7 **Kalibrace průtokoměru** (převzato z ¹⁰)
 a – přívod plynu
 b – vyrovnávač tlaku
 c – průtokoměr
 d – pneumatická vana s odměrným válcem

1.3.8. METODY PRÁCE V SEMIMIKROMĚŘÍTKU

V některých situacích dochází k potřebě zpracovávat výrazně menší množství materiálu než v běžné laboratoři. Vede nás k tomu například horší dostupnost výchozího materiálu. Někdy se stává, že práce v makroměřítku vede k nižším výtěžkům, které by při užití klasických izolačních metod končily výrazně vyššími ztrátami. V takových případech je vhodné využít modifikované postupy vhodné pro zpracovávání menších hmotností (obvykle 0,1–1 g) a objemů (1–10 ml) látek. V těchto případech mluvíme o metodách semimikrotechniky, které jsou náročnější na pečlivost práce, ale nejsou tak náročné, jako práce v mikroměřítku. Vzhledem k těmto poměrům jsou v semimikrotechnice využívána zařízení pracující na stejných principech jako v makrotechnice, ale v jiných rozměrových dimenzích. Zřejmé je to z jednoduchého příkladu, kdy snížení objemu kapaliny z 1 ml na 0,5 ml představuje plných 50 %. Toto je třeba respektovat při volbě nádobí pro krystalizace i zařízení pro destilace. V neposlední řadě tyto skutečnosti ovlivňují i zdroje užívané při zahřívání. Obdobným způsobem je nutno přemýšlet při práci s plyny. Tyto souvislosti jsou rozváděné v řadě pramenů, např.^{6,12,13}.

- **Zahřívání a chlazení**

Při této pracovní metodě v semimikroměřítku nemůžeme používat klasické typy kahanů, se kterými pracujeme během obvyklé práce v laboratoři. Plamen běžného laboratorního kahanu je nadměru intenzivní a není možné ho nijak regulovat, abychom kahan mohli využít k zahřívání menších nádob s malými objemy látek. V našich podmínkách bohatě postačí obyčejný lihový kahan, u kterého jsme schopni plamen usměrňovat povytažením knotu. Často používanou metodou zahřívání je vzdušná lázeň, kdy umístíme síťku na stojan mezi kahan a nádobu tak, aby síťka nebyla se zahřívající nádobou v kontaktu. V okamžiku, kdy není vhodné použít ohřev nad plamenem, můžeme při teplotách do 100 °C využít ohřev ve vodní lázni. Pokud vodu v lázni vyměníme např. za glycerin, pak není problém lázeň vyhřát na vyšší teplotu. Dalším příkladem metody zahřívání může být topné hnízdo, které je elektricky vyhříváno a dnes běžně dostupné.

V momentě, kdy potřebujeme směs zchladit, využíváme zejména proud studené vody, případně chladicí směsi, které je v případě potřeby možné izolovat v bloku z polystyrenu, aby nedocházelo k ohřátí okolním vzduchem⁶.

- **Dávkování a přenášení kapalin**

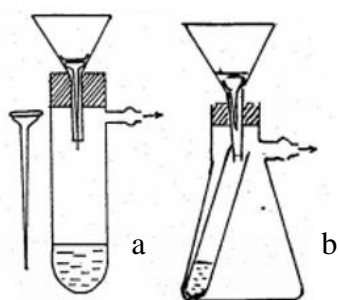
V semimikrotechnice není vhodné pracovat s velkými nádobami, protože značná část látky zůstává vlivem smáčení na povrchu nádob a tím tak dochází k velkým ztrátám. Není proto příhodné malá množství látek přelévat. K přenosu kapalin vždy využíváme pipety, případně pipetky, které si můžeme vyrobit i sami ze skleněných kapilár o průměru 1–2 mm, kdy jeden konec kapiláry vytáhneme po zahřátí do špičky, odřízneme a abychom se zbavili ostrých hran, konec odříznuté kapiláry obrousíme. Pipety můžeme za tepla také baničkovitě rozšířit, touto modifikací pipety jsme schopni přenášet větší množství kapalných látek. Vzhledem k bezpečnosti během laboratorních cvičení není vhodné kapaliny do malých pipet nasávat přímo ústy, proto je lepší využít gumovou hadičku nebo pryžový váček, aby ústa nebyla v přímém kontaktu s pipetou. Další možností, jak nasát kapalinu do pipety, je použít injekční stříkačku o malém objemu, kterou připevníme ke kapiláře pomocí pryžové hadičky¹⁴.

K přesnému dávkování malých objemů jsou zapotřebí speciální mikropipety. K obvyklým semimikropreparacím si ale vystačíme s pipetkami, které však musíme přesně kalibrovat. Volín a Metelková¹⁴ popisují kalibraci pipet takto: *„Do destilační zkumavky odměříme kalibrovanou pipetou 1 ml vody a dolní hladinu menisku označíme přesně ostrou čárkou (proužkem papíru). Pak přidáme další 1 ml vody a meniskus hladiny označíme podobným způsobem. Do takto kalibrované zkumavky pak pipetkou, jejíž kalibraci provádíme, po kapkách odpipetujeme třikrát po 1 ml vody a počítáme kapky. Ze tří hodnot pak stanovíme průměr (asi 20–22 kapek) a vypočítáme přibližný objem jedné kapky.“*

- **Filtrace kapalin**

Při filtraci menších množství látek je lepší pracovat se zředěnými roztoky. Základní semimikrotechnickou metodou je využití zhotoveného skleněného balónku, který má jeden konec kapiláry uzavřený, druhý konec kapiláry je naopak otevřený. Takto připravený balónek je k filtraci opatřený vrstvou vaty. Pokud potřebujeme dále pracovat s filtrátem, vložíme vatu do otevřené části kapiláry a po filtraci vatu s nečistotami vyjmeme ven. V případě, že potřebujeme získat pevnou látku, je lepší zhotovit jiný typ balónku s nálevkovitým ukončením, do kterého následně umístíme vatu jako filtrační vrstvu. Pevná látka po filtraci zůstane v nálevce a v případě potřeby ji můžeme ještě promýt zpětným odsátím filtrátu z balónku. Výhodou je, že případné ztráty filtrátu jsou při použití vaty jako filtrační vrstvy minimální⁶.

Běžnou filtraci za sníženého tlaku s Büchnerovou nálevkou, kterou známe z makrotechniky, je možné při zpracování malých kvant látek nahradit filtrací za sníženého tlaku s využitím menší nálevky s Willstätterovou jehlou (viz obr. 8). Richti⁶ uvádí postup ke zhotovení Willstätterovy jehly: „Willstätterovu jehlu zhotovíme ze skleněné tyčinky, kterou přetavíme vytažením na dvě části. Po zkrácení tyčinky uchopíme upravenou tyčinku za zúženou část a zbytek skla ohřejeme do červeného žáru a tlakem o kovovou nebo keramickou podložku rozšíříme do požadované plošky podle použité nálevky. Při zahřívání dbáme na to, aby se prohřála jen ta část skla, která tlakem o podložku vytvoří plošku.“ Na vytvořenou plošku následně vložíme kolečko filtračního papíru o mírně větším průměru, než je průměr Willstätterovy jehly⁶.

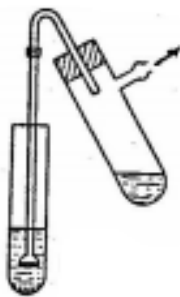


Obr. 8 **Filtrace za sníženého tlaku s Willstätterovou jehlou** (převzato z ⁶)

a – za využití odsávací zkumavky

b – za využití odsávací baňky se zkumavkou

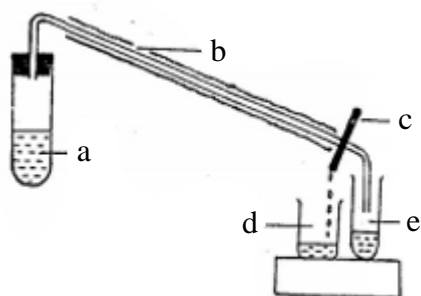
Dalším typem filtrace je tzv. inverzní neboli obrácená filtrace. V našich laboratorních podmínkách můžeme využít metodu s odsáváním, ovšem v případě, že bychom neměli zdroj vakua, uvádí literatura⁶ další metody obrácené filtrace. Princip inverzní filtrace s odsáváním je zřejmý z obr. 9.



Obr. 9 **Inverzní (obrácená) filtrace s odsáváním** (převzato z ⁶)

- **Jednoduchá destilace**

Destilace je jednou z hlavních metod semimikrotechniky, zároveň ale patří mezi ty nejobtížnější. Richtr⁶ uvádí: „Skutečnost, že nejmenší destilovatelný objem činí asi 0,1 ml, značně omezuje možnost destilace jako čistící operace. Dělicí efekt destilace je přímo úměrný rozdílu teplot destilovaných kapalin. Destilaci můžeme provádět s větším či menším úspěchem v nejrůznějších destilačních aparaturách, které v podstatě představují miniaturizaci běžných destilačních aparatur zábrusových i nezábrusových.“ Mezi takto upravené destilační aparatury patří tzv. límcovky, jejichž popis je uvedený např. v literatuře^{6,9,12,14} nebo speciálně zhotovená aparatura pro destilaci malého množství kapaliny⁶. Tato destilační aparatura je velmi účinná a její značnou výhodou je, že jsme schopni ji sestavit ze snadno dostupných dílů. Schéma destilační aparatury je znázorněno na obr. 10. K sestavení aparatury nám postačí malá destilační zkumavka, případně destilační baňka, dále skleněná trubice obalená vrstvami vlhkého filtračního papíru a dvě kádinky. Jednu kádinku využijeme k jímání vody z filtračního papíru, druhou pak k jímání destilátu⁶.



Obr. 10 **Destilační aparatura k destilaci menších objemů** (převzato z ⁶)

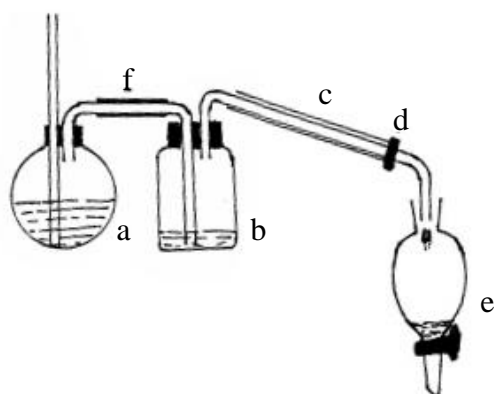
- a – destilační zkumavka
- b – skleněná trubice chlazená vlhkým filtračním papírem
- c – gumová manžeta k zachycení vody
- d – kádinka k jímání vody
- e – kádinka k jímání destilátu

- **Destilace s vodní parou**

Tato destilace patří mezi často používané laboratorní techniky. V kap. 1.3.2. je již zmínka o destilaci s vodní parou uvedena. Destilaci většinou provádíme v obyčejné destilační aparatuře tak, že k destilační kapalině přidáme před zahájením vlastní destilace dostatečný nadbytek vody. Pokud tento postup nevyhovuje, použijeme destilační aparaturu se samostatným vyvíječem páry. Pokud chceme destilovat malé objemy látek v destilační aparatuře s vlastním vyvíječem páry, je vhodné pracovat v co nejmenším měřítku, aby se malá množství destilátu nezachycovala na velké povrchy nádob a na jiné

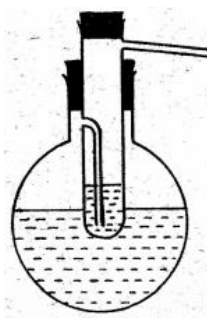
části destilační aparatury. Pozornost musíme věnovat i těsnosti všech spojů a snaze předejít tepelným ztrátám. Spojení jednotlivých částí destilační aparatury proto volíme co možná nejkratší⁶. Vhodnou destilační aparaturu můžeme vidět na obr. 11.

Pro destilaci s vodní parou menších objemů látek také slouží přístroj podle Pozziho a Escota¹⁴. Z obr. 12 je zřejmé, že vnější baňka slouží jako vyhřívaná lázeň i jako vyvíječ vodní páry. Lázeň musí být stále zahřívána, aby se nesnížil tlak páry ve vyvíječi a látka tak úzkou trubicí samovolně nepřešla do vyvíjecí nádoby¹⁴.



Obr. 11 Upravená aparatura pro destilaci s vodní parou (převzato z ⁶)

- a – baňka k vyvíjení vodní páry
- b – baňka s destilovanou látkou
- c – chladicí trubice
- d – pryžová manžeta k zachycení vody
- e – dělicí nálevka s destilátem
- f – pojistná trubice

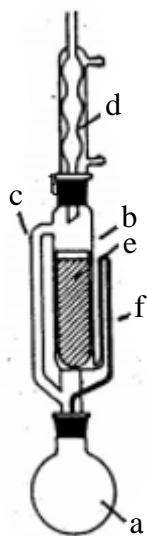


Obr. 12 Destilace s vodní parou podle Pozziho a Escota (převzato z ¹⁴)

- **Extrakce**

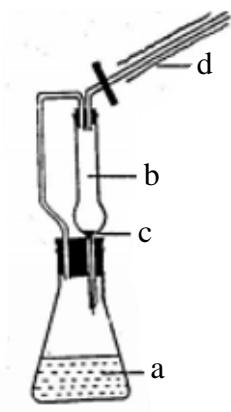
Tato metoda byla z pohledu makrotechniky popsána již v kapitole 1.3.4. K extrakci menších kvant látek za horka i za studena bylo zhotoveno mnoho různých speciálních ekstraktorů¹⁴. Za zmínku stojí především Soxhletův extraktor (obr. 13), mezi jehož hlavní výhody patří opakovaná extrakce za horka vždy čerstvým rozpouštědlem, a probíhající kontinuálním způsobem⁹. Literatura⁶ uvádí princip fungování Soxhletova

extraktoru takto: „*Páry rozpouštědla z baňky (a) stoupají širokou trubicí (c) do chladiče (d), kde kondenzují.*“ Vznikající kapalina ohřívána parou stoupající do chladiče odkapává do patrony (e) naplněné extrahovaným materiálem. Autor⁶ dále uvádí: „*V patroně (e) dochází k extrakci, přičemž ohřátý extrakt prolíná porézní stěnou patrony a hromadí se v těle extraktoru (b).* Když hladina extraktu dosáhne vrcholu U-trubice (f), všechny extrakt přeteče zpět do baňky (a) a celý proces se opakuje.“ Alternativou tohoto extraktoru je zařízení popsané na obr. 14, které si může každý pracovník podle svých požadavků zhotovit z dostupných nádob a trubic sám⁶. Výhodou tohoto zařízení je snadná rozměrová modifikovatelnost. Určitou nevýhodou je to, že vyžaduje zvýšený dohled.



Obr. 13 **Soxhletův extraktor** (převzato z⁹)

- a – baňka s rozpouštědlem
- b – tělo extraktoru
- c – trubice pro odvod par do chladiče
- d – chladič
- e – patrona (papírová kyveta) s extrahovaným materiálem
- f – přepadová U-trubice



Obr. 14 Upravená aparatura pro extrakci (převzato z ⁶⁾)

a – baňka s extrakčním rozpouštědlem

b – nádobka do níž vložíme extrahovaný materiál

c – Willstätterova jehla

d – chladič s pryžovou manžetou chlazený vlhkým filtračním papírem

- **Krystalizace**

Pro krystalizaci menších objemů látek můžeme využít stejné metody jako v makroměřítku. V semimikrotechnice je však důležité věnovat pozornost oddestilování rozpouštědla, případně jeho odpařování. Jak již bylo řečeno v úvodu této kapitoly, odpaření i velmi malého množství rozpouštědla může zapříčinit změnu koncentrace, což by narušilo tvorbu roztoku určeného ke krystalizaci. Zahušťování je proto nutné provádět pomalu⁶.

Obvykle se setkáváme s metodou krystalizace, během níž využíváme dvě vzájemně nemísitelná rozpouštědla. K takovému případu literatura⁶ uvádí: „Z roztoku látky oddestilováváme rozpouštědlo, v němž je dobře rozpustná za současného přikapávání rozpouštědla, v němž je rozpustná hůře. V okamžiku, kdy dojde k zakalení roztoku, dodáme ještě několik kapek tohoto rozpouštědla a přerušíme zahřívání. Pozvolným ochlazením získáme obvykle krystaly hrubší, při prudkém ochlazení získáme krystaly jemnější.“

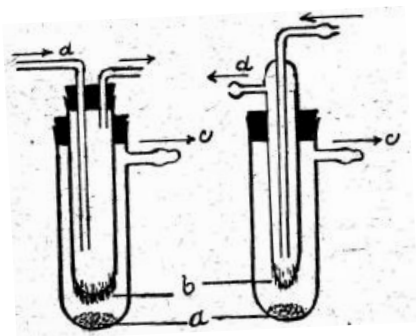
V mnoha případech, zejména u nízkotajících látek, probíhá krystalizace delší dobu velmi pozvolným ochlazením. K těmto případům je vhodné využít např. polystyrenový box, který roztok ochrání před prudkým ochlazením⁶.

U jiných roztoků je ke krystalizaci chlad či prudké zmrazení žádoucí, proto můžeme využít lednici nebo mrazák ke kratšímu či delšímu stání. Musíme brát ovšem ohled na rozpouštědlo v daném roztoku a použít takové, které nám při nízkých teplotách neztuhne⁶.

- **Sublimace**

Sublimace se řadí mezi nejúčinnější operace k čištění látek, proto má své nezastupitelné místo i v semimikrotechnice. Základní metodou je sublimace mezi dvěma hodinovými skly⁶. Vzorek umístíme na hodinové sklo a položíme přes něj do kulata vystřižený filtrační papír takové velikosti, aby lehce přesahoval přes okraje hodinového skla. Ve střední části filtračního papíru uděláme na několika místech otvory, aby páry mohly během sublimace unikat. Přes filtrační papír následně položíme druhé hodinové sklo. Je důležité, aby obě skla dobře těsnila, proto je sepneme svorkou. Aby na horním hodinovém skle docházelo ke snazší kondenzaci, ochladíme ho vlhkým filtračním papírem. Spodní hodinové sklo umístíme na zdroj tepla, kterým je ve většině případů písečná lázeň a následuje samotná sublimace. Vznikající páry přesublimované látky se kondenzují na vrchním chlazeném hodinovém skle^{6,14}.

V praxi má ovšem větší uplatnění sublimace za sníženého tlaku nejen pro svou šetrnost, ale zejména pro svůj rychlejší průběh provedení. Přístroj k takové sublimaci (viz obr. 15) lze zhotovit z odsávací zkumavky, která je připojena k vývěvě, a prstového chladiče vloženého skrz pryžovou zátku do odsávací zkumavky¹⁴.



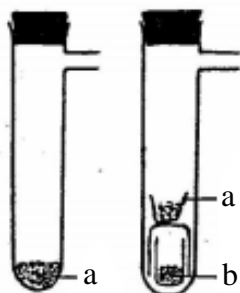
Obr. 15 **Aparatury pro sublimaci za sníženého tlaku** (převzato z ¹⁴)

- a – sublimovaná látka
- b – sublimát
- c – připojení k vývěvě
- d – chladičí voda

- **Sušení**

Tato metoda se v semimikrotechnice od makrotechniky značně neliší. Proces sušení zde bývá kratší díky menšímu množství látky. Kromě exsikatorů, které běžně využíváme k sušení, si v semimikroměřítku často vystačíme i se zařízeními, které jsme schopni vyrobit sami v laboratoři. Látky můžeme snadno sušit za sníženého tlaku. Pro krátkodobé vysoušení látky je vhodné zařízení složené z odsávací zkumavky se sušidlem, která je připojena na zdroj vakua (viz obr. 16). Pokud chceme provádět dlouhodobější

sušení ve vakuu, můžeme si zhotovit exsikátor z promývačky se sušidlem (viz obr. 17), kde na její horní část připevníme kohout tak, jako je tomu u vakuových exsikátorů⁶.



Obr. 16 **Vakuové sušení malých množství látek** (převzato z ⁶)
a – nádobka s vysoušenou látkou
b – sušidlo v malé nádobce, která je pokryta větší nádobkou



Obr. 17 **Improvizovaný exsikátor z promývačky** (převzato z ⁶)
a – sušidlo (P_2O_5)
b – skleněná vata
c – nádobka se sušenou látkou

- **Preparativní TLC**

Tato metoda se od klasické analytické chromatografie liší zejména v rozměrech chromatografických desek. Jejich velikost bývá zpravidla 20 x 20 cm (cit.⁶). Klinotová¹ uvádí: „*Preparativní provedení tenkovrstvé chromatografie je stejné jako u analytického, rozdíl jsou pouze v rozměrech desky, způsobu nanášení vzorku a detekci – není možno používat takové detekce, při níž se látka chemicky mění. Při nanášení vzorku umísťujeme jednotlivé kapičky koncentrovaného roztoku těsně vedle sebe, až vytvoří na startu úzký souvislý proužek. Po vyvinutí chromatogramu detekujeme buď ultrafialovým světlem nebo desku zakryjeme papírem a vhodným činidlem postříkáme pouze úzké pásy po stranách, eventuálně podle velikosti desky 1–2 proužky i uprostřed. Podle detekovaných částí si označíme pásy jednotlivých sloučenin. Tyto pásy pak opatrně seškrabeme na papír, vsypeme do malé chromatografické trubice se smotky vaty a eluujeme.*“ Eluce se

obvykle provádí vhodným polárním rozpouštědlem⁶. Literatura uvádí i další způsoby detekce a zpracování preparativní TLC. Na katedře chemie FPE je běžně užívána detekce elektricky žhaveným drátem⁶.

1.4. SOUČASNÝ PRŮBĚH LABORATORNÍCH CVIČENÍ

Struktura současného laboratorního cvičení je uvedena již v úvodu. Tato struktura je výsledkem dlouholetého vývoje, kde původně rozsáhlejší program založený na využívání širokého sortimentu prací popisovaných autory^{1,2} se z časových, ekonomických a ekologických důvodů zužoval do současného stavu.

1.4.1. SEZNÁMENÍ S VYBAVENÍM CHEMICKÉ LABORATOŘE, S BEZPEČNOSTNÍMI PŘEDPISY, SE ZÁSADAMI PRÁCE, S ČINNOSTÍ OZONIZÁTORU A PŘÍPRAVNÝMI PRACEMI TLC

Bezpečnosti práce byla věnována pozornost již dříve (viz kap. 1.1.).

Vlastnostem ozonu, konstrukci ozonizátoru a ozonizaci je věnována kap. 1.3.7. V současné době je této problematice věnována demonstrace s výkladem.

Protože součástí laboratorních cvičení jsou i práce s TLC, je vhodné se zásadami práce seznámit všechny účastníky cvičení současně.

2. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část práce je věnována klasickým postupům příprav jednotlivých látek popsaných zejména v literatuře^{1,2}, které jsem ověřil a zdokumentoval formou laboratorních protokolů (kap. 2.1.). Dále tuto část práce rozšiřuji o modifikace pracovních postupů příprav vybraných látek za použití některých metod semimikrotechniky uvedených v literatuře^{6,14,15,16} (kap. 2.2.).

Semimikrotechnika představuje pracovní techniku, kde se navážky pohybují řádově mezi navážkami mikrotechniky (1–10 mg) a makrotechniky (10–100 g), nejčastěji v rozmezí 50–500 mg. Tyto metody jsou úsporné jak časově a materiálně, tak zejména ekonomicky a díky jednoduchosti postupů při pečlivé práci minimalizujeme i možné ztráty. Práci s menším množstvím látek v semimikrotechnice zvyšujeme bezpečnost práce⁶.

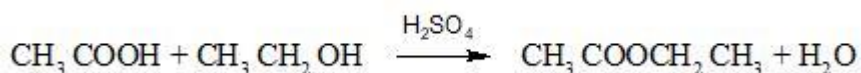
2.1. PROTOKOLY Z LABORATORNÍCH CVIČENÍ

Během laboratorních cvičení z organické chemie jsme pracovali na přípravách látek, jejichž postupy jsou uvedeny v literatuře^{1,2}. U některých pracovních postupů jsme z ekonomických a časových důvodů zvolili poloviční počáteční množství látek, než jak jsou uvedené v literatuře. Těmto upraveným množstvím výchozích látek jsme během práce přizpůsobili množství ostatních látek a koncentrace roztoků, aby byly zachovány poměry a stechiometrie reakce.

2.1.1. PŘÍPRAVA ETHYLACETÁTU (ESTERIFIKACE)

Princip:

Reakce, kterou v tomto úkolu použijeme k přípravě ethylacetátu, se nazývá esterifikace. Principem je reakce karboxylové kyseliny s alkoholem za vzniku příslušného esteru karboxylové kyseliny a vody. Během reakce se z karboxylové skupiny kyseliny odděluje OH skupina a z alkoholu pouze vodík. Velmi důležitá je katalýza reakce kyselinou sírovou³. V této práci využijeme reakci ethanolu s kyselinou octovou. Vznikající produkt, spolu s vodou, bude požadovaný ethylester kyseliny octové neboli ethylacetát.

**Pomůcky a chemikálie:**

Plynový kahan, kruhový držák, stojany, svorky, azbestová síťka, frakční baňka, sestupný chladič, alonž, gumové hadice, teploměr, dělicí nálevka, zátka se dvěma otvory, baňky, analytické váhy, plastová lžička, hydrogenuhličitan sodný, ethanol, 96% kyselina sírová, kyselina octová, pevný chlorid vápenatý, destilovaná voda^{1,2}.

Pracovní postup:

V prvním kroku si sestavíme destilační aparaturu k esterifikaci a přípravě ethylacetátu (viz obr. 18). Ve frakční baňce smícháme 5 ml ethanolu a 5 ml kyseliny sírové. Do dělicí nálevky nalijeme směs 50 ml ethanolu a 50 ml kyseliny octové. Následně frakční baňku zahřejeme přibližně na 120 °C. Po dosažení této teploty upustíme malou část směsi z dělicí nálevky. Jakmile začne destilace, upouštíme směs ethanolu a kyseliny octové z dělicí nálevky do frakční baňky stejnou rychlostí, jakou se destiluje vznikající ethylacetát. Teplotu udržujeme mezi 120 °C a 140 °C. Po dokončení destilace destilát protřepeme v dělicí nálevce s připraveným roztokem hydrogenuhličitanu sodného do vymizení kyselé reakce, to znamená, dokud dochází k úniku oxidu uhličitého a pak vypustíme spodní fázi z dělicí nálevky. Následně směs protřepeme s 25 ml 10% roztoku chloridu vápenatého k odstranění zbytkového nezreagovaného ethanolu. Po vytvoření dvou fází vypustíme spodní fázi. Výsledný ethylacetát vysušíme pevným chloridem vápenatým. V dalším kroku ethylacetát predestilujeme do předem zvážené baňky a zvážíme^{1,2}.

Hmotnost připraveného ethylacetátu je 14,8 g.



Obr. 18 Destilační aparatura se sestupným chladičem k esterifikaci

- 1 – frakční baňka
- 2 – dělicí nálevka
- 3 – sestupný chladič
- 4 – alonž
- 5 – sběrná kulatá baňka

Výtěžnost:

Teoretický a následně skutečný výtěžek esterifikace vypočítáme z molárních hmotností (M) kyseliny octové a ethylacetátu a z hmotnosti kyseliny octové před reakcí. Hmotnost kyseliny octové před esterifikací vypočítáme podle známého vzorce $m = V \cdot \rho$, kde V je objem kyseliny octové (50 ml) a ρ je hustota kyseliny octové ($1,05 \text{ g/cm}^3$). M ethylacetátu je 88 g/mol a M kyseliny octové je 60 g/mol . Hmotnost kyseliny octové před reakcí získáme ze vzorce $m = V \cdot \rho = 50 \cdot 1,05 = 52,5 \text{ g}$. Pomocí trojčlenky s molárními hmotnostmi pak zjistíme teoretický (stoprocentní) výtěžek ethylacetátu.

$$\begin{array}{r}
 88 \text{ g/mol ethylacetátu} \dots\dots\dots 60 \text{ g/mol kyseliny octové} \\
 x \text{ g ethylacetátu} \dots\dots\dots 52,5 \text{ g kyseliny octové} \\
 \hline
 x = 88 \cdot 52,5 / 60 = 77 \text{ g ethylacetátu}
 \end{array}$$

Naměřená hmotnost ethylacetátu po reakci ovšem činí pouze 14,8 g. Z teoretického výtěžku poté pomocí jednoduché trojčlenky dokážeme určit reálný výtěžek reakce.

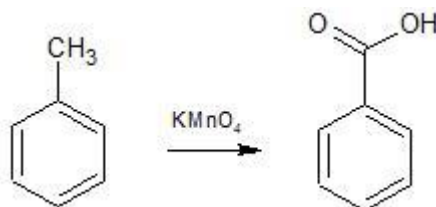
$$\begin{array}{r}
 100 \% \dots\dots\dots 77 \text{ g} \\
 x \% \dots\dots\dots 14,8 \text{ g} \\
 \hline
 x = 100 \cdot 14,8 / 77 = 19,2 \%
 \end{array}$$

Výtěžek ethylacetátu je 19,2 %.

2.1.2. PŘÍPRAVA KYSELINY BENZOOVÉ

Princip:

Jedná se o oxidaci toluenu manganistanem draselným ve vodě za varu dle schématu³.



Pomůcky a chemikálie:

Zábrusová varná baňka, plynový kahan, varný kamínek, stojan, kruhový držák, azbestová síťka, zpětný chladič, gumové hadice, svorky, Willstätterova jehla, odsávací zkumavka, Büchnerova nálevka, vývěva, zátka s jedním otvorem, kádinky, indikační papírek, odsávací baňka, skleněná tyčinka, analytické váhy, bodotávek, filtrační papír, krycí sklíčka, manganistan draselný (3,4 g), toluen, ethanol, kyselina chlorovodíková, destilovaná voda^{1,2}.

Pracovní postup:

V zábrusové varné baňce smícháme 1 g toluenu se 75 ml destilované vody. Po připojení zpětného chladiče směs zahříváme ve vroucí vodní lázni. Během 1 hodiny zpětným chladičem postupně přidáváme po 10–15 minutách odvážený manganistan draselný. Po nadávkování veškerého manganistanu směs zahříváme ještě po dobu 4 hodin (viz obr. 19). Následně nezreagovaný manganistan odstraníme (zredukujeme) přidáním malého množství ethanolu. Zkouška se provádí tak, že po kápnutí směsi na filtrační papír nesmí mít vzniklá skvrna fialové ohraničení. Roztok poté přefiltrujeme na Büchnerově nálevce a promyjeme destilovanou vodou. Filtrát zahustíme na 15 ml a postupně okyselujeme roztokem HCl (1 : 1), dokud na indikačním papírku není vidět fialové zbarvení. Výsledný roztok necháme stát a krystalovat. Vyloučené krystaly odsajeme a promyjeme destilovanou vodou. K odsávání použijeme Willstätterovu jehlu a odsávací zkumavku (viz obr. 8). Krystaly dosušíme na vzduchu a poté zvažíme^{1,2}.

Hmotnost krystalů kyseliny benzoové je 0,255 g.

Na závěr práce na bodotávku zjistíme teplotu tání, která se pohybuje v rozmezí 116,5–122 °C. Nižší teplota tání naznačuje, že se ve vzorku vyskytují nečistoty.

Během manipulace se vzorkem bohužel došlo ke ztrátám, z tohoto důvodu jsme nezískali větší množství kyseliny benzoové.



Obr. 19 Zahřívání ve vroucí vodní lázni pod zpětným chladičem

- 1 – zábrusová varná baňka se směsí ponořená v kádince s vroucí vodou
2 – zpětný chladič

Výtěžnost:

Teoretický výtěžek kyseliny benzoové připravené oxidací toluenu manganistanem draselným získáme podobně jako u přípravy ethylacetátu (viz 2.1.1). Využijeme hmotnost toluenu před reakcí ($m = 1 \text{ g}$) a molární hmotnosti toluenu ($M = 92,14 \text{ g/mol}$) a kyseliny benzoové ($M = 122,12 \text{ g/mol}$). Tyto údaje pak vložíme do trojčlenky a vypočítáme teoretický výtěžek.

$$\begin{array}{r} 92,14 \text{ g/mol toluenu} \dots\dots\dots 122,12 \text{ g/mol kyseliny benzoové} \\ 1 \text{ g toluenu} \dots\dots\dots x \text{ g kyseliny benzoové} \\ \hline x = 122,12 \cdot 1 / 92,14 = 1,325 \text{ g kyseliny benzoové} \end{array}$$

Z teoretického výtěžku následně pomocí jednoduché trojčlenky spočítáme skutečný výtěžek kyseliny benzoové.

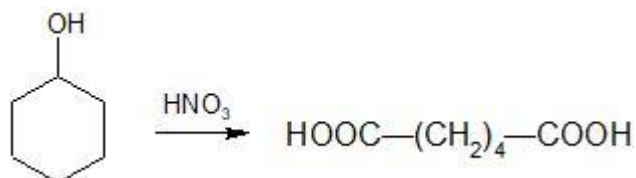
$$\begin{array}{r} 100 \% \dots\dots\dots 1,325 \text{ g} \\ x \% \dots\dots\dots 0,255 \text{ g} \\ \hline x = 100 \cdot 0,255 / 1,325 = 19,2 \% \end{array}$$

Výtěžek kyseliny benzoové je 19,2 %.

2.1.3. PŘÍPRAVA KYSELINY ADIPOVÉ

Princip:

Kyselinu adipovou připravíme oxidací cyklohexanolu kyselinou dusičnou³. Reakce je znázorněna na schématu¹.



Pomůcky a chemikálie:

Zábrusová Erlenmeyerova baňka, kruhový držák, azbestová síťka, plynový kahan, kuličkový zpětný chladič, stojany, kádinky, injekční stříkačka, frakční baňka, přímý chladič, alonž, sběrná nádoba, odsávací baňka, vývěva, Büchnerova nálevka, filtrační papír, bodotávek, kyselina dusičná, cyklohexanol, destilovaná voda¹.

Pracovní postup:

Do litrové zábrusové Erlenmeyerovy baňky smícháme 190 ml kyseliny dusičné a 55 ml destilované vody. Směs v digestoři přivedeme k varu a následně sejmeme z plamene. Poté do zábrusu Erlenmeyerovy baňky umístíme zpětný kuličkový chladič, skrz který za občasného promíchávání dávkuje po malých objemech 25 g cyklohexanolu tak, aby nedošlo k vychladnutí směsi a nedošlo k nežádoucímu hromadění cyklohexanolu, které by mohlo následně způsobit až explozivní průběh reakce. Po úplném nadávkování cyklohexanolu baňku 30 minut zahříváme k varu (viz obr. 20). Poté baňku odpojíme od chladiče a kapalinu oddestilujeme zhruba na polovinu objemu. Po vyloučení krystalů zbylou kapalinu odsajeme a krystaly promyjeme studenou destilovanou vodou na vývěvě pomocí Büchnerovy nálevky. Nakonec krystaly na vzduchu vysušíme, zvážíme a stanovíme jejich teplotu tání na bodotávku^{1,2}. Až do konečného promytí destilovanou vodou pracujeme s vědomím, že roztok i filtrát obsahují kyselinu dusičnou.

Navážená hmotnost kyseliny adipové je 23,81 g.

Teplota tání je v rozmezí mezi 150–153 °C.



Obr. 20 Zahřívání Erlenmeyerovy baňky po nadávkování cyklohexanolu

1 – zábrusová Erlenmeyerova baňka se směsí

2 – kuličkový zpětný chladič

Výtěžnost:

Teoretický výtěžek vypočítáme opět pomocí trojčlenky, jako v předchozích přípravách, tentokrát však z molárních hmotností cyklohexanolu ($M = 100 \text{ g/mol}$) a kyseliny adipové ($M = 146,14 \text{ g/mol}$). Základním údajem k výpočtu je také hmotnost cyklohexanolu před reakcí ($m = 25 \text{ g}$).

146,14 g/mol kyseliny adipové.....100 g/mol cyklohexanolu

x g kyseliny adipové.....25 g cyklohexanolu

$$x = 146,14 \cdot 25 / 100 = 36,535 \text{ g kyseliny adipové}$$

Skutečný výtěžek kyseliny adipové následně určíme pomocí trojčlenky na základě teoretického výtěžku a naváženého množství kyseliny adipové.

100 %.....36,535 g

x %.....23,81 g

$$x = 100 \cdot 23,81 / 36,535 = 65,1 \%$$

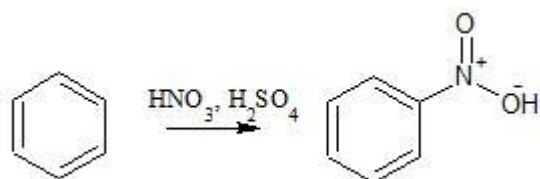
Výtěžek kyseliny adipové je 65,1 %.

2.1.4. PŘÍPRAVA NITROBENZENU

Princip:

Příprava nitrobenzenu se uskutečňuje na základě mechanismu elektrofilní nitrace. Je to reakce, při níž se elektrofil, nitroniový ion NO_2^+ , váže na určitou látku za vzniku nitrosloučeniny. Nitroniový ion vzniká protonací kyseliny dusičné za pomoci kyseliny sírové a současným odštěpením vody¹⁷.

Nitrobenzen připravíme nitrací benzenu nitrační směsí, což je směs kyseliny dusičné a kyseliny sírové³.



Pomůcky a chemikálie:

Erlenmeyerova baňka, pipeta, balónek, zátka s jedním otvorem, teploměr, dělicí nálevka, odměrný válec, plynový kahan, stojany, gumová manžeta, kruhový držák, azbestová síťka, kádinky, analytické váhy, skleněná trubice, drát, vlhký filtrační papír, koncentrovaná kyselina dusičná, koncentrovaná kyselina sírová, benzen, destilovaná voda, chlorid vápenatý¹.

Pracovní postup:

Do Erlenmeyerovy baňky odměříme 13,5 ml benzenu. Za stálého protřepávání baňky postupně přiléváme nitrační směs (12,5 ml koncentrované kyseliny dusičné + 15 ml koncentrované kyseliny sírové). Reakční směs udržujeme při teplotě mezi 50–60 °C (zkoušku teploty provádíme na základě zkušeností dotykem, pokud je baňka příliš horká, zchladíme ji pod tekoucí studenou vodou). Po přidání veškeré nitrační směsi a ochlazení soustavy reakci dokončíme zahřátím baňky po dobu 40 minut ve vodní lázni při teplotě 60 °C. Po ochlazení na laboratorní teplotu směs nalijeme do 130 ml destilované vody, nitrobenzen oddělíme v dělicí nálevce (viz obr. 21) a vysušíme ho chloridem vápenatým. Poté na základě metod práce v semimikroměřítku (viz kap. 1.3.8. – jednoduchá destilace) připravíme zjednodušenou destilační aparaturu k destilaci nitrobenzenu (viz obr. 10). Místo destilační zkumavky v destilační aparatuře využijeme malou Erlenmeyerovu baňku. Vzhledem k vysoké teplotě varu nitrobenzenu dochází nejdříve k destilaci nezreagovaných látek. Po vydestilování prvních kapek zakalené kapaliny do odpadové kádinky destilujeme čirý nitrobenzen do předem zvážené sběrné

baňky. Nitrobenzen nedestilujeme úplně do sucha z důvodu, že zde hrozí riziko exploze dinitrobenzenu, který je obsažen ve zbytku roztoku v destilační baňce. Získaný nitrobenzen následně zvažíme¹.

Hmotnost nitrobenzenu je 12,8 g.



Obr. 21 Oddělení nitrobenzenu v dělicí nálevce

- 1 – dělicí nálevka
- 2 – sběrná kádinka

Výtěžnost:

Shodně jako u předešlých příprav vypočítáme teoretický výtěžek. Molární hmotnost benzenu je 78,11 g/mol a molární hmotnost nitrobenzenu je 123 g/mol. Hmotnost benzenu před začátkem nitrace vypočítáme ze vzorce $m = V \cdot \rho$, kde V je objem benzenu (13,5 ml) a ρ je hustota benzenu ($0,8786 \text{ g/cm}^3$). Po dosazení do vzorce tedy získáme hmotnost benzenu $m = 13,5 \cdot 0,8786 = 11,86 \text{ g}$. Tuto hmotnost a molární hmotnosti opět použijeme do trojčlenky a vypočítáme teoretický výtěžek nitrobenzenu.

$$\begin{array}{r} 123 \text{ g/mol nitrobenzenu} \dots\dots\dots 78,11 \text{ g/mol benzenu} \\ x \text{ g nitrobenzenu} \dots\dots\dots 11,86 \text{ g benzenu} \\ \hline x = 123 \cdot 11,86 / 78,11 = 18,68 \text{ g nitrobenzenu} \end{array}$$

Reálný výtěžek vlastní přípravy nitrobenzenu získáme znovu pomocí trojčlenky ze stoprocentního výtěžku a z navážené hmotnosti nitrobenzenu po reakci.

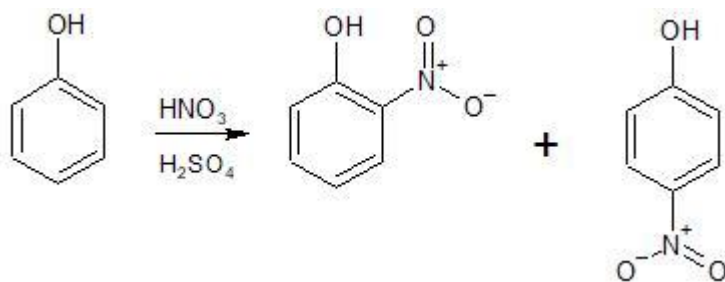
$$\begin{array}{r} 100 \% \dots\dots\dots 18,68 \text{ g} \\ x \% \dots\dots\dots 12,8 \text{ g} \\ \hline x = 100 \cdot 12,8 / 18,68 = 68,5 \% \end{array}$$

Výtěžek nitrobenzenu je 68,5 %.

2.1.5. PŘÍPRAVA 2-NITROFENOLU A 4-NITROFENOLU

Princip:

Princip přípravy nitrofenolu v této úloze je stejný jako u přípravy nitrobenzenu. Nitrační směs reaguje s fenolem za vzniku 2-nitrofenolu a 4-nitrofenolu. Navázaná OH skupina zvyšuje reaktivitu arenu a nitrace tak probíhá lépe. K rozdělení obou izomerů se užívá destilace s vodní parou. Zatímco 2-nitrofenol s vodní parou destiluje, 4-nitrofenol zůstává v destilačním zbytku².



Pomůcky a chemikálie:

Frakční baňka, kulaté baňky, stojany, kruhový držák, sestupný chladič, baňky, gumové hadice, zátky, svorky, plynový kahan, alonž, Büchnerova nálevka, vývěva, filtrační papír, Erlenmeyerovy baňky, dělicí nálevka, nálevka, azbestová síťka, skleněná tyčinka, plastová lžička, U-trubice, jistící skleněná trubice, analytické váhy, pipeta, balónek, dusičnan sodný, kyselina sírová, fenol, destilovaná voda, aktivní uhlí².

Pracovní postup:

V kulaté baňce rozpustíme 7,5 g dusičnanu sodného ve zředěné kyselině sírové (6,8 ml kyseliny sírové + 20 ml destilované vody). Poté smícháme 4,7 g fenolu s 1 ml destilované vody. Za stálého míchání a chlazení fenol přikapáváme k nitrační směsi tak, aby teplota nepřekročila 20 °C. Po přidání celého množství fenolu do nitrační směsi směs promícháváme ještě další 2 hodiny. Pak pomocí dělicí nálevky odlijeme vrstvu kyseliny, směs nitrofenolů prolijeme horkou destilovanou vodou a přelijeme do frakční baňky. Směs nitrofenolů následně destilujeme s vodní parou tak dlouho, dokud přechází žlutý 2-nitrofenol (viz obr. 22). V případě usazení krystalů v sestupném chladiči je potřeba vypnout vodu a přestat chladit, aby došlo k roztátí krystalů, které jímáme do baňky s destilátem. Po vyloučení krystalů z destilátu krystaly 2-nitrofenolu odsajeme pomocí vývěvy na Büchnerově nálevce, vysušíme na vzduchu a zvážíme. Poté určíme jejich teplotu tání na bodotávku. Destilační zbytek zahustíme na přibližně původní objem (v průběhu destilace s vodní parou se celkový objem zvětšil o určité množství vody). Baňku pak prudce zchladíme v ledové lázni. Vzniklé krystaly přefiltrujeme, i s filtračním

papírem umístíme do Erlenmayerovy baňky a s 50 ml 2% roztoku HCl směs přivedeme k varu. Následně přidáme malou lžičku aktivního uhlí, směs za horka přefiltrujeme a umístíme do ledové lázně. Vzniklé krystaly 4-nitrofenolu odsajeme pomocí vývěvy na Büchnerově nálevce, vysušíme a následně zvažíme. Poté stanovíme teplotu tání 4-nitrofenolu na bodotávku².

Hmotnost 2-nitrofenolu je 1,33 g. Teplota tání 2-nitrofenolu je 43–45 °C.

Hmotnost 4-nitrofenolu je 0,095 g. Teplota tání 4-nitrofenolu je 113–115 °C.



Obr. 22 Aparatura pro destilaci s vodní parou

- 1 – Erlenmayerova baňka s vodou jako vyvíječ vodní páry
- 2 – U-trubice
- 3 – frakční baňka
- 4 – sestupný chladič
- 5 – alonž
- 6 – sběrná Erlenmayerova baňka
- 7 – jistící skleněná trubice

Výtěžnost:

Teoretický výtěžek obou izomerů nitrofenolu opět vypočítáme přes trojčlenku. K výpočtu využijeme molární hmotnost nitrofenolu (oba izomery mají stejnou molární hmotnost), která se rovná 139,1 g/mol a molární hmotnost fenolu ($M = 94,11$ g/mol). Hmotnost fenolu na začátku reakce je 4,7 g.

$$\begin{array}{r}
 139,1 \text{ g/mol nitrofenolu} \dots\dots\dots 94,11 \text{ g/mol fenolu} \\
 x \text{ g nitrofenolu} \dots\dots\dots 4,7 \text{ g fenolu} \\
 \hline
 x = 139,1 \cdot 4,7 / 94,11 = 6,9 \text{ g 2-nitrofenolu a 4-nitrofenolu}
 \end{array}$$

Skutečný výtěžek zjistíme již zvlášť pro každý izomer z jejich naměřené hmotnosti a z teoretického výtěžku.

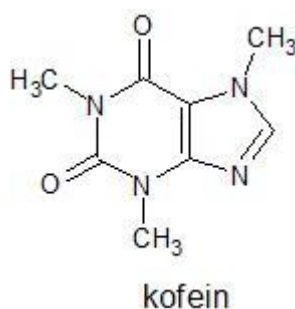
2-nitrofenol	
100 %.....	6,9 g
x %.....	1,33 g
$x = 100 \cdot 1,33 / 6,9 = 19,3 \%$	
4-nitrofenol	
100 %.....	6,9 g
x %.....	0,095 g
$x = 100 \cdot 0,095 / 6,9 = 1,4 \%$	

Výtěžek 2-nitrofenolu je 19,3 %. Výtěžek 4-nitrofenolu je 1,4 %.

2.1.6. IZOLACE PŘÍRODNÍ LÁTKY – KOFEIN

Princip:

Kofein patří mezi deriváty xanthinu. Je známý pro své stimulační vlastnosti centrálního nervového systému a nejčastěji se s ním setkáme v kávě a čaji¹. K extrakci kofeinu využijeme sáčky čaje.



Pomůcky a chemikálie:

Čaj v sáčku (6,6 g), kádinky, skleněná trubice s vatou a 2 cm vysokým sloupcem oxidu hlinitého, stojany, kruhový držák, azbestová síťka, plynový kahan, frakční baňka, sestupný chladič, alonž, Erlenmeyerova baňka, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, vývěva, gumové hadice, dělicí nálevka, topné hnízdo, analytické váhy, bodotávek, krycí sklíčka, nálevka, baňky, Willstätterova jehla, chloroform, petrolether, ethanol, octan olovnatý, destilovaná voda¹.

Pracovní postup:

Do kádinky nalijeme 300 ml destilované vody a přivedeme ji k varu. Následně přidáme 6,6 g čaje a vaříme po dobu 15 minut. Po extrakci čaje přidáme 36 ml 10% roztoku octanu olovnatého a důkladně promícháme. Ještě za horka vzniklou sraženinu

odsajeme pomocí vývěvy na Büchnerově nálevce. Filtrát zahustíme na objem 50 ml a necháme stát. Po ochlazení filtrát třikrát promyjeme vždy 25 ml chloroformu v dělicí nálevce. Spojené chloroformové extrakty v dělicí nálevce promyjeme ještě destilovanou vodou a vysušíme je filtrací přes 2 cm vysoký sloupec oxidu hlinitého do Erlenmeyerovy baňky. Chloroform pak oddestilujeme do sucha a vrátíme ho zpět do lahve. K pevnému zbytku po destilaci přidáme 10 ml petroletheru a důkladně promícháme. Přefiltrujeme přes Willstätterovu jehlu a pevný zbytek rozpustíme v 1–2 ml chloroformu. Poté směs v dělicí nálevce propláchneme ethanolem, přelijeme do malé baňky a místo destilace použijeme topné hnízdo k rychlému varu. Za varu pak pevný zbytek rozpustíme v 1–2 ml ethanolu a necháme ochladit. Vyloučené krystaly odsajeme na Willstätterově jehle a necháme na vzduchu vyschnout. Výsledný produkt zvažíme a na bodotávku určíme teplotu tání.

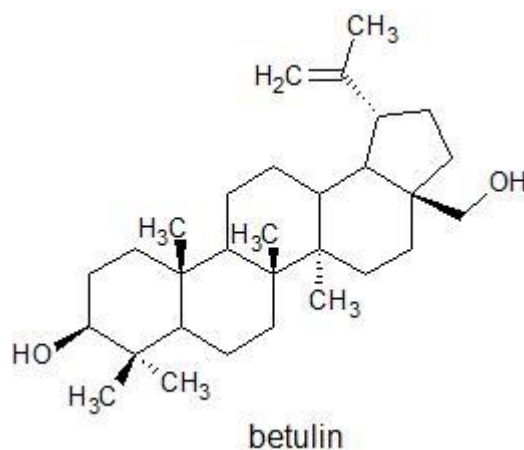
Hmotnost získaného kofeinu je 0,03 g. Jedná se o velmi malé množství s ohledem na to, že krystalický podíl kofeinu by měl tvořit přibližně desetinu hmotnosti použitého čaje¹.

Teplota tání kofeinu je 237 °C.

2.1.7. CHROMATOGRAFIE NA TENKÉ VRSTVĚ (TLC) – BETULIN

Princip:

Při zahřívání betulinu v kyselém prostředí, které je zde vytvořeno hydrogensíranem draselným, dochází za nižší teploty ve struktuře betulinu k izomeraci kruhu E za vzniku allobetulinu. Při vyšších teplotách dochází v kyselém prostředí k dehydrataci kruhu A za vzniku γ -apoallobetulinu¹⁸. Cílem této laboratorní práce bylo provést chromatografii produktu po zahřívání směsi betulinu s hydrogensíranem draselným na teplotu 220 °C a následném vychladnutí na 200 °C.



Pomůcky a chemikálie:

Bodotávek, krycí sklíčka, pinzeta, skleněné kapiláry, chromatografická fólie, elektrický vaříč, kyveta, podložní sklíčko, kleště, pipety, rozprašovač, 10% roztok kyseliny sírové, betulin, hydrogensíran draselný, ethylacetát, n-hexan, chloroform¹⁸.

Pracovní postup:

Na krycí sklíčko nanese trochu směsi betulinu s hydrogensíranem draselným v poměru 1 : 2. Směs přiklopíme dalším krycím sklíčkem a umístíme na bodotávek. Bodotávek zapneme a směs tepelně utěsníme. Po dosažení 220 °C bodotávek vypneme a necháme ochladit na 200 °C. Poté sklíčka s reakční směsí z bodotávku sejmem a necháme zcela vychladnout. Na chromatografické desce poté vyznačíme startovní čáru a na ní čtyři zářezy. S použitím kapiláry do prvního zářezu nanese chloroformový roztok čistého betulinu. Chloroformové roztoky připravíme tak, že k malému množství vzorku přikapeme z pipety chloroform. Dříve než dojde k jeho odpaření, vnoříme do vzniklého roztoku připravenou kapiláru, kterou vzápětí použijeme k nanesení na vyznačenou část chromatografické desky. Do druhého zářezu čistou kapilárou přikapeme chloroformový roztok našeho reakčního produktu. Do třetího zářezu přikapeme roztok allobetulinu a do čtvrtého zářezu roztok γ -apoallobetulinu. Do chromatografické kyvety si připravíme eluční směs (1 ml n-hexanu + 0,3 ml ethylacetátu) a následně vložíme chromatografickou desku s nanesenými vzorky. Kyvetu přiklopíme podložním sklíčkem a v okamžiku, kdy čelo rozpouštědel dosáhne takřka horního okraje, desku vyjmeme. Za pomoci rozprašovače na ni nanese 10% roztok kyseliny sírové. Desku umístíme na vaříč a pozvolna ohříváme. Jakmile se zobrazí první stopy, desku z vaříče sejmem a výsledek chromatografie vyhodnotíme¹⁸.



Obr. 23 Chromatogram s výsledkem chromatografie betulinu

- 1 – čistý betulín
- 2 – směs betulínu a hydrogensíranu draselného
- 3 – allobetulin
- 4 – γ -apoallobetulin

Na dráze 2 (směs betulínu s hydrogensíranem draselným) je patrný vznik stopy allobetulinu (dráha 3) i γ -apoallobetulinu (dráha 4), což svědčí o tom, že reakční podmínky (doba a teplota zahřívání) odpovídají nejenom izomeraci, která probíhá již při nižších teplotách, ale také dehydrataci, která probíhá při vyšší teplotě. V našem případě by bylo potřeba reakční teplotu zvýšit, případně prodloužit reakční dobu. Potom by došlo k úplné přeměně betulínu na γ -apoallobetulin.

2.2. MODIFIKACE VYBRANÝCH PRACOVNÍCH POSTUPŮ ZA POUŽITÍ METOD SEMIMIKROTECHNIKY

V této části práce se zaměřím na modifikace pracovních technik při přípravách vybraných látek z laboratorních cvičení z organické chemie. Pracovní postupy v semimikroměřítku zde navrhuju pouze teoreticky. Literatura^{15,16} uvádí upravené pracovní postupy jednotlivých příprav sloučenin na základě použití velmi malých objemů látek.

Do této kapitoly není zařazena příprava kyseliny benzoové, neboť příprava kyseliny benzoové prováděná běžně ve cvičeních (viz kap. 2.1.2.) od zpracování filtrátu po oddělení burelu již metody semimikrotechniky využívá (filtrace s použitím Willstätterovy jehly) a dále zde není uvedena ani izolace kofeinu, během níž jsem již tyto metody využil, např. filtraci přes Willstätterovu jehlu nebo využití topného hnízda k rychlému varu (viz kap. 2.1.6.).

2.2.1. PŘÍPRAVA ETHYLACETÁTU

Koutenková¹⁵ uvádí: „Do lékovky o objemu 10 ml z pipety vypustíme 0,4 ml ethanolu a po kapkách opatrně a za chlazení vodou přidáme celkem 0,4 ml koncentrované kyseliny sírové. Lékovku uzavřeme zátkou s odvodnou trubicí, jejíž druhý konec sahá téměř ke dnu malé zkumavky.“ Do injekční stříkačky následně nabereme směs 1 ml ethanolu a 1 ml koncentrované kyseliny octové a zátku v lékovce s ní propíchneme. Takto zhotovená destilační aparatura je připravena k destilaci. Lékovku musíme zahřívat malým plamenem, nejlépe obyčejným lihovým kahanem. Během destilace přikapáváme směs z injekční stříkačky takovou rychlostí, jakou odkapává vznikající destilát do sběrné zkumavky. Po získání přibližně 2 ml produktu musíme destilát oddělit od nezreagované výchozí látky. K tomu využijeme balónek, do kterého destilát nasajeme a protřepeme s 2 ml roztoku uhličitanu sodného. Po vytvoření dvou fází oddělíme spodní organickou vrstvu a tu následně protřepeme s 0,4 g bezvodého chloridu vápenatého, který produkt zbaví veškeré vlhkosti. Výsledný produkt pak zfiltrujeme pomocí balónku¹⁵.

2.2.2. PŘÍPRAVA KYSELINY ADIPOVÉ

Do malé vyfouknutím zhotovené baňky nalijeme 1 ml 35% roztoku kyseliny dusičné. Tuto kyselinu zahřejeme na 85 °C a následně zpětným chladičem po kapkách

přidáváme 0,13 g cyklohexanolu. Po prvním přidání cyklohexanolu chvíli počkáme, než dojde k reakci, ta se projeví vznikem dýmů oxidů dusíku. Cyklohexanol je velmi důležité přikapávat tak, aby stačil zreagovat, ale zároveň tak, aby reakce kontinuálně probíhala. V opačném případě je zde vysoké riziko exploze. Po přidání veškerého cyklohexanolu směs dalších 20 minut zahříváme k varu. Poté roztok pomocí balónku přeneseme do lékovky. Následně sestavíme destilační aparaturu podle obr. 10 (kap. 1.3.8.) a oddestilujeme přibližně polovinu objemu. Vzniklé krystaly pak překrystalujeme z vody¹⁵.

2.2.3. PŘÍPRAVA NITROBENZENU

Příprava nitrobenzenu, kterou zde uvedu na základě literatury¹⁶ je velmi podobná přípravě nitrobenzenu z kap. 2.1.4., rozdíl je především v počátečních objemech jednotlivých látek. V kapitole 2.1.4. jsme při přípravě již využili metodu semimikrotechniky, konkrétně destilaci na upravené destilační aparatuře (viz obr. 10). Tuto semimikrotechnickou destilační aparaturu využijeme i zde.

K objemu 3 ml benzenu v baňce přidáme za stálého míchání předem připravenou nitrační směs, složenou z 2,8 ml koncentrované kyseliny dusičné a 3,3 ml koncentrované kyseliny sírové. Během přidávání nitrační směsi je nutné baňku občas zchladit pod tekoucí vodou. Teplotu směsi je potřeba udržovat mezi 50–60 °C. Po přidání celého objemu nitrační směsi a následném ochlazení reakci dokončíme ve vodní lázni vyhřáté na teplotu 60 °C. V této lázni směs necháme po dobu 40 minut. Po uplynutí této doby necháme směs ochladit na laboratorní teplotu a přelijeme ji do 30 ml destilované vody. Nitrobenzen poté separujeme v dělicí nálevce, vypustíme a vysušíme chloridem vápenatým. Následnou destilaci provedeme pomocí zmíněné upravené destilační aparatury. Musíme dát opět pozor, abychom směs nedestilovali úplně do sucha z důvodu možné exploze (viz pracovní postup kap. 2.1.4.).

2.2.4. PŘÍPRAVA 2-NITROFENOLU A 4-NITROFENOLU

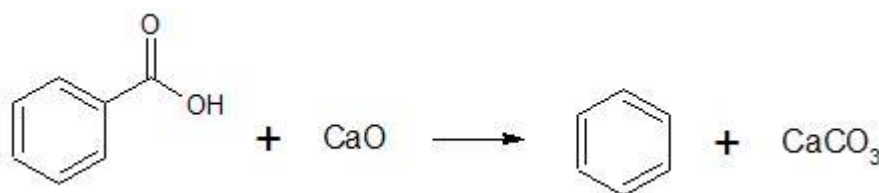
Koutenková¹⁵ ve své práci uvádí postup přípravy obou izomerů nitrofenolu za použití metod semimikrotechniky takto: „V lékovce rozpustíme za chlazení ledem 0,75 g dusičnanu sodného v 67% kyselině sírové (0,68 ml kyseliny sírové a 2 ml destilované vody). V druhé lékovce rozpustíme 0,47 g fenolu s 0,1 ml destilované vody a tuto směs za stálého míchání a chlazení přikapeme k nitrační směsi tak, aby teplota nepřesáhla 20 °C.

Po přidání veškerého fenolu mícháme směs ještě 2 hodiny. Vrstvu kyseliny odsajeme balónkem, olejovitou vrstvu nitrofenolů promyjeme několikrát teplou vodou a destilujeme s vodní parou tak dlouho, dokud přechází žlutý 2-nitrofenol. 2-nitrofenol odsajeme a vysušíme na vzduchu za laboratorní teploty.

Destilační zbytek necháme 2 hodiny stát za laboratorní teploty, potom po dobu 30 minut chladíme ledem. Vyloučí se 4-nitrofenol, který odsajeme a povaříme s 5 ml 2% kyseliny chlorovodíkové s přidáním aktivního uhlí. Poté za horka zfiltrujeme a ponecháme přes noc krystalovat. Vyloučený 4-nitrofenol odsajeme na Willstätterově jehle, promyjeme destilovanou vodou a vysušíme na vzduchu.“

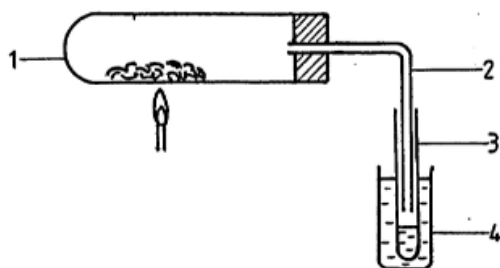
3. VÝBĚR DALŠÍCH EXPERIMENTŮ

3.1. PŘÍPRAVA BENZENU



Příprava benzenu by byla vhodná zařadit do laboratorních cvičení z organické chemie z toho důvodu, že výchozí látkou k jeho přípravě je kyselina benzoová a zároveň příprava benzenu není časově náročná. Tento úkol by tedy mohl následovat ihned po přípravě kyseliny benzoové a studenti by mohli využít vlastní kyselinu benzoovou, kterou připravili v předcházejícím cvičení. Využití vlastního produktu k následnému úkolu by studenty vedlo k preciznější práci během jeho přípravy a snaze o co nejlepší výtěžek.

Při přípravě benzenu využijeme upravenou aparaturu (viz obr. 24) k sublimaci pevné kyseliny benzoové ve směsi s oxidem vápenatým a následné kondenzaci vznikajících par benzenu¹⁵.



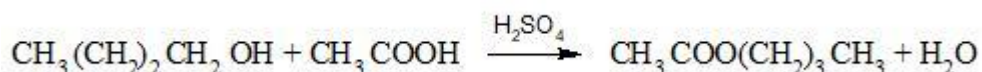
Obr. 24 Aparatura k přípravě benzenu (převzato z ¹⁵)

- 1 – zkumavka s reakční směsí
- 2 – odvodná trubice
- 3 – zkumavka k jímání benzenu
- 4 – kádinka se studenou vodou

Koutenková¹⁵ uvádí: „Do vodorovně upevněné zkumavky vneseme směs 0,5 g kyseliny benzoové a 1 g oxidu vápenatého. Zkumavku uzavřeme zátkou s odvodnou trubicí, která ústí do malé zkumavky chlazené vodou. Dbáme na to, aby zátko co nejlépe těsnila. Zkumavku se směsí zahříváme a vznikající benzen nám kondenzuje v malé zkumavce. Benzen pak nasajeme do balónku.“

3.2. PŘÍPRAVA BUTYLACETÁTU

Butylacetát připravíme reakcí 1-butanolu s kyselinou octovou, opět za katalýzy kyselinou sírovou. Jedná se opět o esterifikaci. K přípravě využijeme trochu odlišné metody než u přípravy ethylacetátu.

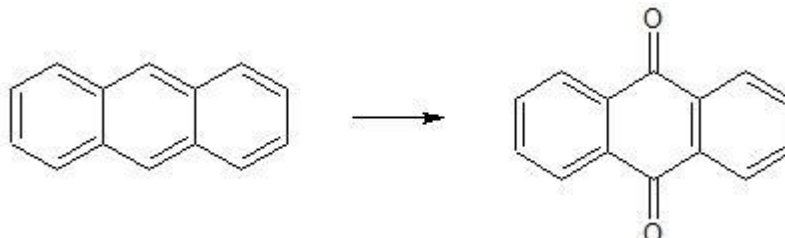


Koutenková¹⁵ uvádí tento postup přípravy: „V lékovce o objemu 10 ml si připravíme směs 0,77 ml 1-butanolu s 1 ml koncentrované kyseliny octové. Ke směsi opatrně přikapeme 1–2 kapky koncentrované kyseliny sírové. Směs pomocí balónku přeneseme do vyfouknuté baničky se zpětným chladičem a směs zahříváme na pískové lázni k varu po dobu 2 hodin. Poté směs nasajeme do balónku a třikrát protřepeme s 1,67 ml destilované vody a jednou s 0,83 ml nasyceným roztokem hydrogenuhličitanu sodného a na závěr ještě jednou protřepeme s 1,67 ml destilované vody. Surový ester vysušíme bezvodým síranem sodným a balónkem přeneseme do aparátku pro destilaci. Destilujeme a jímáme frakci o teplotě varu 124–125 °C.“

3.3. PŘÍPRAVA ANTRACHINONU

Přípravu této látky bych zařadil do programu výuky laboratorních cvičení z organické chemie z jednoho důvodu a tím je sublimace mezi dvěma hodinovými skly. S touto laboratorní technikou se v průběhu laboratorních cvičení v současnosti nesetkáme.

Příprava antrachinonu se provádí oxidací anthracenu.



Valentová¹⁶ uvádí: „V Erlenmeyerově baňce připravíme za varu roztok 0,5 g anthracenu v 7 ml ledové kyseliny octové.“ Na baňku následně připevníme zpětný chladič, kterým postupně přidáváme oxidační směs, tvořenou rozpuštěným oxidem chromovým v 3,5 ml ledové kyseliny octové. Rozpuštěný oxid chromový se po přidání zpětným chladičem v reakční směsi ihned redukuje a dojde ke změně barvy do zelena. Směs následně vaříme po dobu 5 minut a nalijeme ji do 40 ml destilované vody. Dojde k vyloučení antrachinonu, který následně vakuovou filtrací odfiltrujeme přes Willstätterovu jehlu. Vzniklé krystaly nejprve promyjeme destilovanou vodou, poté 5% roztokem uhličitanu sodného a následně znovu destilovanou vodou. Antrachinon necháme vyschnout a poté ho přesublimujeme mezi dvěma hodinovými skly¹⁶.

3.4. IZOLACE KMÍNOVÉ SILICE

K izolaci silice mj. využijeme destilaci s vodní parou. Vzhledem k tomu, že pracujeme s malými kvanty látek, je vhodné k destilaci využít upravenou destilační aparaturu (viz obr. 11), která je uvedena v kapitole 1.3.8.

Do baňky (a), která plní funkci vyvíječe vodní páry, nalijeme destilovanou vodu přibližně do dvou třetin objemu baňky. Do baňky (b) vložíme 1 g rozetřeného kmínu. Destilujeme s vodní parou přibližně 90 minut. Po ukončení destilace destilát přelijeme do dělicí nálevky a několikrát po sobě protřepeme s 5 ml etheru. Po protřepání od sebe vždy necháme separovat obě fáze a horní vrstvu oddělíme. Horní vrstvu následně umístíme do dělicí nálevky, přidáme k ní 2,5 g síranu sodného a po dobu 5 minut protřepáváme. Obsah dělicí nálevky následně přefiltrujeme a umístíme do vodní lázně, kde necháme oddestilovat rozpouštědlo. Získaným produktem je surová silice¹⁶.

4. ZÁVĚR

Již v úvodu práce je naznačen celý rozsah cvičení, které jsou v současné době výsledkem dlouholeté zkušenosti nejen s vlastním průběhem, ale také s dopadem na studenty. Ideová linie cvičení je tvořena výběrem prací z osvědčených skript^{1,2}, užívaných studenty chemie na přírodovědecké fakultě UK v Praze. Sledovaná jsou zejména hlediska bezpečnosti práce a také časová, ekologická a ekonomická náročnost jednotlivých prací. Celkový výběr úloh sleduje maximální možnou pestrost využívaných laboratorních technik i reakčních principů.

Ukazuje se, že existují možnosti, jak základní náplň cvičení modifikovat tak, aby celková struktura nebyla nijak narušena. Určitou možnost představuje využití metod semimikrotechniky, které umožňují provedení již zavedených nebo nových prací s menší časovou náročností. Studium dříve vypracovaných diplomových prací^{15,16} na katedře chemie FPE v Plzni se nabízí řada modifikovaných postupů, z nichž některé v této práci uvádím (viz kap. 2.2. a kap. 3.). Jejich ověřováním, případně zdokonalováním, bych se rád zabýval v rámci diplomové práce v navazujícím studiu.

RESUMÉ

V práci jsou uvedeny laboratorní postupy klasicky zavedeného laboratorního cvičení z organické chemie. Sledovány jsou zejména možnosti náhrady některých postupů postupy modifikovanými, případně doplnění laboratorních cvičení postupy novými.

KLÍČOVÁ SLOVA

Laboratorní cvičení z organické chemie, makrotechnika, semimikrotechnika.

RESUMÉ

This work presents laboratory procedures of classically established laboratory exercises in organic chemistry. The possibilities of replacing some procedures with modified procedures or supplementing laboratory exercises with new procedures are monitored.

KEYWORDS

Laboratory exercises in organic chemistry, macrotechnique, semimicrotechnique.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

1. Klinotová E., Klinot J., Máca B., Trnka T., Všetečka V.: Základní cvičení z organické chemie. Univerzita Karlova, Praha 1980.
2. Trnka T. a kol.: Praktikum z organické chemie. Státní pedagogické nakladatelství, Praha 1989.
3. Pacák J.: Jak porozumět organické chemii. Karolinum, Praha 2007.
4. Nováček E., Potáček M., Janků S.: Laboratorní technika ke cvičení z metod organické chemie. Masarykova univerzita, Brno 2005.
5. Herchel R., Klanicová A., Šindelář Z., Trávníček Z.: Laboratorní technika. Univerzita Palackého, Olomouc 2011.
6. Richtr V.: Semimikrotechnika v organické chemii. ZČU, Plzeň 1993.
7. Gasparič J., Churáček J.: Papírová a tenkovrstvá chromatografie organických sloučenin: laboratorní příručka. Státní nakladatelství technické literatury, Praha 1981.
8. Richtr V., Kraitr M.: Tenkovrstvá chromatografie ve výuce chemie. In: *Chemie XX (sborník katedry chemie). FPE ZČU v Plzni. 2004*, s. 57–71.
9. Keil B. a kol.: Laboratorní technika organické chemie. ČSAV, Praha 1954.
10. Richtr V., Kraitr M.: Příprava a využití ozonu ve školních podmínkách. In: *Chemie XXI (sborník katedry chemie). FPE ZČU v Plzni. 2006*, s. 47–61.
11. Richtr V., Rieger D., Vála L., Štrofová J., Kraitr M.: Příprava ozonu pro školní i laboratorní užití. In: *Chem. Listy. FPE ZČU v Plzni. 2015*, 109, s. 799–803.
12. Horák V.: Práce s malými kvanty v organické laboratoři. SNTL, Praha 1964.
13. Richtr V.: Práce s malými kvanty ve vysokoškolské výuce organické chemie. Habilitační práce. ZČU v Plzni, katedra chemie FPE 2002.
14. Volín M., Metelková J.: Organické semimikropreparace ve vyučování chemii. In: *Sborník Pedagogické fakulty v Plzni (Biologie – Chemie V.). FPE ZČU v Plzni. 1967*, 67–109, s. 85–98.
15. Koutenková L.: Využití semimikrotechniky ve cvičení z organické chemie. Diplomová práce. Plzeň 1993.
16. Valentová M.: Semimikrotechnika v laboratorních cvičeních katedry chemie. Diplomová práce. Plzeň 2001.
17. McMurry J.: Organická chemie. VUTIUM, Brno (VUT), Praha (VŠCHT) 2015.

18. Richtr V., Šnaiberková M., Štrofová J.: Výzkumná činnost studentů v racionalizaci experimentální přípravy budoucích učitelů chemie. In: *Sborník XXIV. Mezinárodní konference o výuce chemie. Didaktika chemie a její kontexty. MU Brno. 2015*, s. 162–165.

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Aparatura pro destilaci s vodní parou.....	7
Obr. 2 Aparatura pro destilaci za sníženého tlaku.....	8
Obr. 3 Koflerův blok s mikroskopem – bodotávek.....	11
Obr. 4 Ozonolýza nenasyčených sloučenin.....	13
Obr. 5 Ozonizační trubice.....	14
Obr. 6 Kapilární průtokoměr.....	15
Obr. 7 Kalibrace průtokoměru.....	15
Obr. 8 Filtrace za sníženého tlaku s Willstätterovou jehlou.....	18
Obr. 9 Inverzní (obrácená) filtrace s odsáváním.....	18
Obr. 10 Destilační aparatura k destilaci menších objemů.....	19
Obr. 11 Upravená aparatura pro destilaci s vodní parou.....	20
Obr. 12 Destilace s vodní parou podle Pozziho a Escota.....	20
Obr. 13 Soxhletův extraktor.....	21
Obr. 14 Upravená aparatura pro extrakci.....	22
Obr. 15 Aparatury pro sublimaci za sníženého tlaku.....	23
Obr. 16 Vakuové sušení malých množství látek.....	24
Obr. 17 Improvizovaný exsikátor z promývačky.....	24
Obr. 18 Destilační aparatura se sestupným chladičem k esterifikaci.....	28
Obr. 19 Zahřívání ve vroucí vodní lázni pod zpětným chladičem.....	30
Obr. 20 Zahřívání Erlenmeyerovy baňky po nadávkování cyklohexanolu.....	32
Obr. 21 Oddělení nitrobenzenu v dělicí nálevce.....	34
Obr. 22 Aparatura pro destilaci s vodní parou.....	36
Obr. 23 Chromatogram s výsledkem chromatografie betulinu.....	40
Obr. 24 Aparatura k přípravě benzenu.....	44

SEZNAM ZKRATEK

TLC	thin-layer chromatography (chromatografie na tenké vrstvě)
kV	kilovolt
°C	Celsiův stupeň
UV	ultraviolet (ultrafialové záření)
R _F	retardační faktor
M	molární hmotnost [g/mol]
V	objem [ml]
m	hmotnost [g]
ρ	hustota [g/cm ³]