

JIHOČESKÁ UNIVERZITA V ČESKÝCH BUDĚJOVICÍCH
ZEMĚDĚLSKÁ FAKULTA



LABORATOŘ ORGANICKÉ CHEMIE

doc. Ing. Roman Kubec, Ph.D.

a

doc. Ing. Eva Dadáková, Ph.D.

České Budějovice

2017

Chemikové jsou zvláštní třídou smrtelníků, kterou jakýsi nesmyslný pud pohání vyhledávat rozkoše mezi dýmem a výpary, mourem a plameny, jedy a chudobou.

Johann Joachim Becher (1635–1682)
německý alchymista a experimentátor,
autor flogistonové teorie

LABORATOŘ ORGANICKÉ CHEMIE

1. BEZPEČNOST PRÁCE V LABORATOŘI ORGANICKÉ CHEMIE	4
2. HLAVNÍ ZÁSADY PŘI POSKYTOVÁNÍ PRVNÍ POMOCI	6
3. ZÁKLADNÍ VYBAVENÍ LABORATORNÍHO STOLU	9
3.1 Laboratorní sklo	9
3.2 Laboratorní porcelán	13
3.3 Pomůcky z ostatních materiálů	13
3.4 Zásady při sestavování aparatur a jiné praktické rady	15
4. ZÁKLADNÍ PŘÍSTROJOVÉ VYBAVENÍ LABORATOŘE ORGANICKÉ CHEMIE	18
5. NEJBĚŽNĚJŠÍ LABORATORNÍ TECHNIKY V ORGANICKÉ CHEMII	20
5.1 Vážení	20
5.2 Odměřování objemů	20
5.3 Zahřívání	20
5.4 Chlazení	22
5.5 Sušení	22
5.6 Filtrace	23
5.7 Destilace	25
5.8 Krystalizace	28
5.9 Sublimace	30
5.10 Extrakce	31
6. ZÁKLADNÍ TECHNIKY IDENTIFIKACE A CHARAKTERIZACE PRODUKTŮ	34
6.1 Stanovení bodu tání	34
6.2 Stanovení bodu varu	35
6.3 Stanovení hustoty kapaliny	36
6.4 Stanovení indexu lomu	37
6.5 Polarimetrická stanovení	38
6.6 Chromatografické metody	40
7. PŘÍPRAVA NA CVIČENÍ, PSANÍ LABORATORNÍCH DENÍKŮ A PROTOKOLŮ	42

8. NÁVODY K LABORATORNÍM ÚLOHÁM	45
<i>Destilace směsi kapalin, stanovení destilační křivky a určení identity složek</i>	<i>45</i>
<i>Příprava 1-bromopropanu (propylbromidu)</i>	<i>46</i>
<i>Příprava ethyl-formiátu (ethyl esteru kyseliny mravenčí)</i>	<i>48</i>
<i>Příprava ethyl-acetátu (ethyl esteru kyseliny octové)</i>	<i>50</i>
<i>Příprava acetanilidu (N-fenylacetamidu)</i>	<i>52</i>
<i>Příprava acetylsalicylové kyseliny</i>	<i>53</i>
<i>Chemické vlastnosti karbonylových sloučenin a sacharidů</i>	<i>55</i>
<i>Rozlišení redukujících a neredukujících sacharidů</i>	<i>56</i>
<i>Hydrolyza sacharózy</i>	<i>57</i>
<i>Vážkové stanovení redukujících sacharidů v potravinářských vzorcích</i>	<i>58</i>
<i>Důkaz přítomnosti bílkovin</i>	<i>59</i>
<i>Srážecí reakce bílkovin</i>	<i>60</i>
<i>Titrační stanovení obsahu bílkovin v mléce.....</i>	<i>61</i>
<i>Stanovení obsahu nepocházejících extrahovatelných látek přímou extrakcí</i>	<i>63</i>
<i>Stanovení čísla kyselosti potravinářského tuku</i>	<i>65</i>
<i>Stanovení peroxidového čísla tuku</i>	<i>66</i>
<i>Příprava fluoresceinu</i>	<i>68</i>
<i>Příprava methylovanže</i>	<i>69</i>
<i>Chromatografické dělení rostlinných barviv</i>	<i>71</i>
<i>Rozlišení syntetických potravinářských barviv rozpustných ve vodě</i>	<i>72</i>
<i>Izolace kofeinu z čaje</i>	<i>74</i>
<i>Izolace nikotinu z tabáku</i>	<i>75</i>
9. PŘÍLOHY	77
<i>Periodická soustava prvků</i>	<i>77</i>
<i>Hustota vody při různých teplotách</i>	<i>78</i>
<i>Označování látek a směsí</i>	<i>79</i>
<i>Barevné značení tlakových lahví</i>	<i>82</i>
<i>Školení studentů o bezpečnosti a ochraně zdraví při práci</i>	<i>83</i>
10. POUŽITÁ A DOPLŇUJÍCÍ LITERATURA	88

1. BEZPEČNOST PRÁCE V LABORATOŘI ORGANICKÉ CHEMIE

Zásady bezpečné práce v chemické laboratoři

Chemická laboratoř je prostředí pro provádění praktické výuky v chemických oborech a realizaci výzkumné chemické práce. Práce v laboratoři je spojena s použitím látek a zařízení, které mohou být nebezpečné lidskému zdraví nebo mohou představovat bezpečnostní riziko. Pouze důsledné dodržování jednoznačných pravidel bezpečnosti práce v chemické laboratoři zabrání zbytečným úrazům nebo technickým problémům. Pokyny pro bezpečnou práci v laboratoři uvádí příslušná technická norma ČSN 01 8003: Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích.

Valné většině technických i zdravotních problémů v laboratoři předejdete, když:

- a) budete dostatečně teoreticky připraveni na práci;
- b) budete důsledně dodržovat pravidla bezpečnosti práce a pracovní postup;
- c) se budete řídit doporučením asistenta nebo vedoucího laboratoře.

Laboratorní řád

- Experimentální práce v laboratoři bude studentům umožněna až po absolvování úvodního školení o bezpečnosti práce v chemické laboratoři.
- Práci v laboratoři studenti absolvují podle rozvrhu, práce mohou být nahrazeny pouze po předchozí domluvě s vedoucím laboratorního cvičení.
- Do laboratoře se přichází včas, po přezutí do vhodné obuvi, bez zavazadel, pouze s nezbytnými pomůckami (laboratorní deník, psací potřeby, kalkulačka) a v laboratorním ochranném plášti.
- Během celé doby provádění experimentální práce jsou studenti povinni nosit řádně nasazené ochranné brýle. Pokud je potřeba, používají se při práci také další ochranné a bezpečnostní pomůcky (štíty, chňapky, rukavice, kleště apod.).
- Během pobytu v laboratoři se nedoporučuje používání kontaktních čoček.
- Dlouhé vlasy je nutno upravit gumičkou (platí pro všechny jedince). Pro odložení svršků slouží šatna, jejíž důsledné zamykání je zodpovědností celé studijní skupiny.
- Během práce je třeba udržovat na stole i v celé laboratoři pořádek a provádět pouze činnosti, které souvisejí s řešením zadaného úkolu.

-
- Učitel vykonávající dozor může studenta vyzkoušet a z případné neznalosti vyvodit důsledky.
 - Během pobytu v laboratoři není dovoleno používat mobilní telefony ani jakýmkoliv jiným způsobem rozptylovat pozornost a soustředěnost sebe nebo ostatních pracovníků.
 - Laboratorní práce se zpravidla řeší ve dvojicích u jednoho pracovního stolu, přičemž se využívají pouze vybavení a vzorky určené pro danou práci. Žádné sklo se „nepůjčuje“ z okolních stolů.
 - Během práce je třeba mít zařízení a aparatury celou dobu pod kontrolou. Není přípustné, aby laboratoř opustili oba studenti z téže skupiny, pokud experiment ještě není ukončen.
 - Práci lze začít až na základě svolení pedagogického dozoru. Pokud je součástí experimentu práce s aparaturou, topná hnízda či kahany se smí zapnout až po zkontrolování aparatury pedagogickým dozorem.
 - Laboratorní sklo a pomůcky slouží pouze k experimentální práci. V laboratoři je zakázáno jíst a pít. Vzorky ani chemikálie se neochutnávají. Na chemikálie se nesahá nechráněnou rukou ani se k nim přímo nečichá.
 - Pipetuje se pouze s použitím pipetovacího nástavce či balonku (ne ústy!). Roztoky žíravin a toxických látek se nepipetují.
 - Případná zranění nebo zdravotní obtíže se bezprostředně hlásí pedagogickému dozoru. Podle možností se provede první pomoc a pořídí se zápis o úrazu. U závažnějších případů se zajišťuje odborná lékařská pomoc.
 - Žádná chemikálie se nesmí nacházet v neoznačené nádobě. Jedině tak se zamezí záměně a problémům experimentálním i bezpečnostním.
 - Látky s vodou nemísitelné a látky toxické se likvidují do označených nádob.
 - Rozbití laboratorního skla či jiných pomůcek je student povinen ohlásit pedagogickému dozoru a dohodnout se s ním na způsobu úhrady.
 - Použité laboratorní sklo a pomůcky se důkladně myjí s použitím saponátu a dalších čistících pomůcek.
 - Z prováděné práce si každý student pořizuje zápis do vlastního laboratorního deníku, který slouží jako podklad pro vypracování protokolu (viz oddíl 7).
 - Práce končí provedením výpočtů a jejich kontrolou u vyučujícího, odevzdáním preparátu a důkladným úklidem pracoviště. Po ukončení práce je třeba vybavení stolu zkontrolovat a uklizený stůl předat pedagogickému dozoru.

2. HLAVNÍ ZÁSADY PŘI POSKYTOVÁNÍ PRVNÍ POMOCI

Pokud chceme minimalizovat riziko vzniků zdravotních problémů v chemické laboratoři, je třeba v maximální míře dodržovat pravidla bezpečné práce. Pokud již problém nastane, je nutný okamžitý zásah, neboť v mnohých případech může prodlení způsobit horší poškození zdraví než vlastní úraz.

Pro provedení laické první pomoci jsou ve všech laboratořích na pracovišti k dispozici lékárničky. Každý úraz, ke kterému dojde během konání praktického cvičení, musí být ošetřen, ohlášen pedagogickému doзору a musí o něm být proveden záznam. Tento dokument bude sloužit jako podklad pro případné sepsání záznamu o školním úrazu studenta.

Mechanická poranění, řezné a tržné rány

V laboratoři vznikají nejčastěji při rozbití skleněného nádobí. Drobná rána se povrchově dezinfikuje a sterilně překryje. U větších ran se při intenzivnějším krvácení volí stisknutí rány nebo tlakový obvaz a vždy odborná lékařská pomoc. Cizí těleso se z rány neuvolňuje, rána se sterilně překryje a postižený se transportuje k lékaři. U větších zranění je nutný vždy doprovod. Při ošetřování intenzivně krvácejících úrazů je potřeba použít latexové rukavice k vlastní ochraně.

Stav po pádu, uklouznutí

K tomuto zranění dojde nejčastěji při neopatrném pohybu nebo na vlhké podlaze. Při pádu může dojít k úrazu hlavy a/nebo hybné soustavy. První pomoc závisí na stavu vědomí postiženého. Při bezvědomí je nutná okamžitá kontrola dýchání a srdeční činnosti, pokud je třeba, provede se nepřímá masáž srdce případně umělé dýchání a okamžitá odborná lékařská pomoc. Lékařská kontrola je nutná při jakémkoli úrazu hlavy, zlomenině nebo větším úrazu kloubu.

Popáleniny

Tento úraz vzniká při neopatrné manipulaci se zdrojem tepla nebo horkými předměty. Vzniku popálenin se předejde používáním držáků a chňapek. Postižené místo se ochladí studenou vodou popř. tampónem s lihem (v tomto případě je nutné dát pozor na otevřený oheň) a sterilně překryje. Větší postižení musí ošetřit lékař.

Poleptání žíravinou

Druh úrazu, který je nejčastěji spojován s prací v chemické laboratoři. Žíravinou se rozumí nejčastěji koncentrované kyseliny a hydroxidy a jejich roztoky. Poleptání nastane při neopatrné (rozlití, rozbití nádoby) nebo nedoporučené (pipetování) manipulaci s příslušnými chemikáliemi. Postižené

místo se vždy omyje velkým množstvím vody k odplavení žíraviny. Neutralizace se v současnosti nedoporučuje. Při požití žíraviny se nikdy nevyvolává zvracení. Zejména pečlivé vypláchnutí musí být provedeno u poleptání oka, a to i proti vůli postiženého. Postižené místo se sterilně překryje. Lékařské ošetření je nutné zejména u rozsáhlejších poleptání.

Nejzávažnější je poleptání trávícího ústrojí a oka. Tato zranění musí být vždy ošetřena lékařem.

Úraz elektrickým proudem

Zasažení elektrickým proudem ohrožuje postiženého jednak popálením, ale hlavně je nebezpečím pro srdeční činnost. Předejít mu můžeme důslednou kontrolou elektrických zařízení a tím, že nepoužíváme zařízení v pochybném stavu. V případě zasažení manipulaci s postiženým vždy musí předcházet odpojení proudu - vypnutí pojistek, v krajním případě manipulace pomocí nevodivého předmětu. Pokud je postižený v bezvědomí, je nutná nepřímá masáž srdce a umělé dýchání a okamžitá lékařská pomoc. Je to stav ohrožující život, případné popáleniny se řeší posléze.

Kolapsové stavy

Mohou nastat jako obranná reakce organismu například po vyčerpávajícím fyzickém výkonu (sport) nebo společenské akci (bujará oslava) nebo na počátku přicházejícího onemocnění. Také jedinci s nízkým krevním tlakem mohou trpět náchylností k mdlobám. Projeví se nejčastěji krátkodobou a přechodnou ztrátou vědomí a následujícím pádem. Pokud postižený nemá jako následek vážný úraz, stačí pro zotavení důkladný odpočinek.

Otrava toxickou látkou

Toxické látky mohou vstupovat do organismu různými cestami. Nejčastější je požití nebo vdechnutí. První pomoc je vždy zaměřena v první řadě na přerušení působení toxické látky.

Při požití toxické látky je doporučeno vyvolat zvracení, nejlépe požitím teplé slané vody. Podává se velké množství aktivního uhlí (živočišné uhlí, Carbosorb). Specifická je otrava methanolem, kde se v rámci první pomoci podává zhruba 100 ml destilátu známé kvality. Při podezření na otravu plynou látkou je třeba urychleně opustit místnost a zajistit postiženému možnost se vydýchat na čerstvém vzduchu.

Požití jedovaté látky by nastat teoreticky nemělo, neboť v laboratoři platí naprostý zákaz jakékoli konzumace chemikálií, vzorků nebo potravin. Také není dovoleno pipetovat roztoky bez pipetovací pomůcky. Požití chemické látky tedy nastane pouze při zásadním nedodržení pravidel bezpečné práce v laboratoři.

Expozice dráždivou látkou

Tyto látky při potřísnění nebo kontaktu se sliznicemi nebo dýchacími cestami způsobují podráždění a nepříjemné pocity. Dotčená část těla není nevratně poškozena. První pomoc spočívá v přerušení působení látky, důkladné omytí vodou, vydýchání, případně odborné lékařské pomoci.

Vliv na chronická onemocnění

Chemická laboratoř je agresivní prostředí, které může zhoršit případné chronické zdravotní problémy. Problémy se mohou objevit zejména u osob trpících alergií, astmatem nebo epilepsií. Je proto potřeba sledovat svůj zdravotní stav a včas předejít případným komplikacím.

3. ZÁKLADNÍ VYBAVENÍ LABORATORNÍHO STOLU

V laboratoři organické chemie se hojně používá vybavení běžné také pro laboratoře anorganické a analytické chemie, ale můžeme se zde setkat i s celou řadou poměrně speciálních pomůcek. Tyto pomůcky jsou nejčastěji vyrobeny ze skla, méně často z porcelánu. Nedílnou součástí vybavení laboratorních stolů jsou také různé pomůcky z kovů, plastů, korku či pryže.

3.1 Laboratorní sklo

Sklo je zdaleka nejběžnějším materiálem používaným v laboratoři organické chemie. Podle účelu použití se vyrábějí různé druhy skla, přičemž v laboratořích nacházejí nejširší použití tzv. skla chemická, které mají celou řadu výhod, mezi něž patří především:

a) *Chemická odolnost* pro naprostou většinu používaných chemikálií. Obecně platí, že všechna skla jsou méně odolná vůči alkalickým roztokům než ke kyselinám. Z kyselin leptá sklo kyselina fluorovodíková a za tepla i kyselina fosforečná.

b) *Teplná odolnost*, která vyhovuje teplotnímu rozmezí, v němž se provádí většina experimentů. Pro zahřívání jsou určeny výhradně nádoby z varného tenkostěnného skla. Tlustostěnné nádoby (např. odměrné válce, odsávací baňky) mohou při zahřátí snadno prasknout. Je třeba mít na paměti, že také při prudkém ochlazení může dojít k prasknutí skleněných nádob, k čemuž mohou napomoci různá škrábnutí a vrypy na povrchu nádoby. Skleněné nádoby by se nikdy neměly zahřívát, pokud jsou prázdné.

c) *Průhlednost*, díky které lze vizuálně sledovat změny barvy a skupenství, tvorbu plynných produktů či sraženin, oddělování nemísitelných kapalin, rychlost míchání či přikapávání reagentů apod. V neposlední řadě lze u skleněných částí snadno vizuálně zkontrolovat také jejich čistotu a suchost.

Hlavní nevýhodou skla je nepochybně jeho křehkost. Je proto nutné vyvarovat se při práci se skleněnými díly prudkých pohybů, nevystavovat je příliš náhlým teplotním změnám (pokud to není výslovně uvedeno v návodech) a upevňovat je pouze do držáků opatřených korkovou výstelkou, aby se zabránilo přímému styku kovu se sklem.

Zkumavky

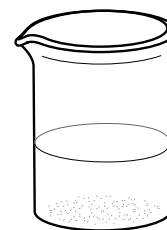
Tyto nádoby se používají pro pokusy v malém měřítku, pro orientační zkoušky rozpustnosti, průběhu reakce nebo krystalizaci malých množství látek. Poměrně dobře snáší záhřev přímým plamenem nebo naopak prudké ochlazení tekoucí vodou nebo ledovou tříští. Při jejich



zahřívání přímým plamenem je třeba dbát na to, aby jejich ústí bylo odvráceno od jiných osob a aby byl celý obsah zkumavky zahříván rovnoměrně (aby nedošlo k jeho náhlému vzkypění).

Kádinky

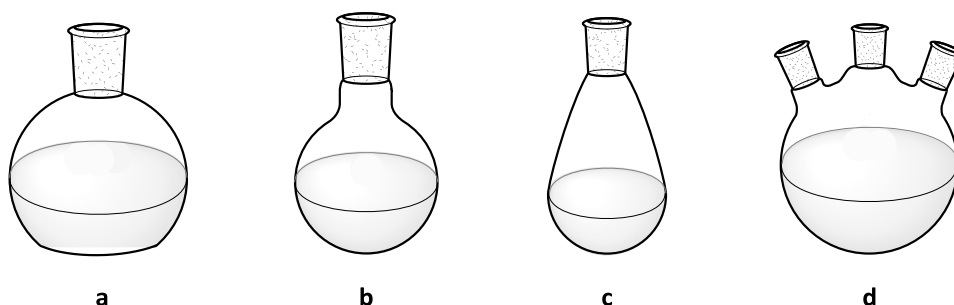
V experimentech organické chemie se tyto nádoby používají jako improvizované lázně. Ve výjimečných případech v nich lze transportovat pevné, nehygroskopické chemikálie popř. připravovat a zahřívát vodné roztoky anorganických solí. Nikdy by se neměly používat jako předlohy (jímadla) při destilacích, ani se v nich neponechávají organická rozpouštědla, neboť by se z nich mohla snadno odpařit. Někdy se používají jako vyvíjecí lázně při chromatografii na tenké vrstvě (TLC).



Baňky

Na rozdíl od kádinek mají baňky výrazně zúžené hrdlo v porovnání s průřezem jejich těla. Existuje celá řada druhů baněk, které se liší svým tvarem, velikostí i způsobem použití. Dle způsobu použití se rozlišují např. baňky reakční, dělicí, odsávací, baňky Erlenmeyerovy apod.

a) Reakční baňky. Patří mezi stěžejní části většiny aparatur, neboť právě v nich zpravidla probíhá vlastní reakce. Téměř bez výjimky se používají reakční baňky opatřené normalizovaným zábrusem. Podle tvaru se rozlišují baňky s rovným dnem (a), s kulatým dnem (b), baňky srdcovité (tzv. srdcovky) či hruškovité (kapkovité, c). Mohou mít pouze jedno hrdlo, ale často se využívají též baňky vícehrdlé (d), kde druhé či další hrdlo slouží k umístění teploměru, mechanického míchadla, přikapávací baňky popř. k připojení přívodu inertního plynu.

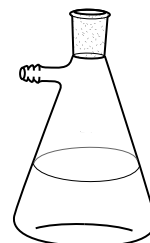


b) Erlenmeyerovy baňky. Jsou to kónické nádoby s úzkým hrdlem. Zúžení hrdla zabraňuje nadměrnému odpařování těkavých látek, umožňuje krátkodobé zahřívání bez použití zpětného chladiče (zejména zakryje-li se hrdlo hodinovým sklíčkem a kouskem ledu). Používají se při krystalizacích, k zahřívání roztoků či k jímání destilátu (pokud se destilace provádí za atmosférického tlaku). Stejně jako jiné nádoby

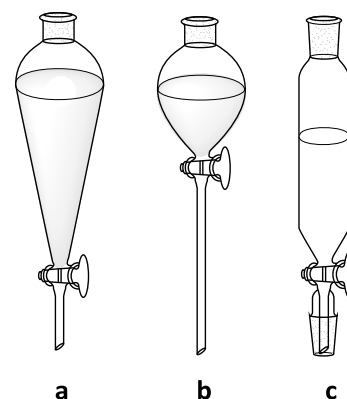


s rovným dnem (s výjimkou odsávacích baněk) se nesmějí používat k práci za sníženého tlaku (hrozí imploze).

c) Odsávací baňky. Jsou to nádoby zpravidla kónického tvaru, které jsou vyrobeny z tlustostěnného skla. Tvarem připomínají Erlenmeyerovy baňky, mají ale postranní olivku, na kterou se pomocí hadice připojí vývěva. Používají se k filtracím za sníženého tlaku. Nesmí se zahřívat přímým plamenem!



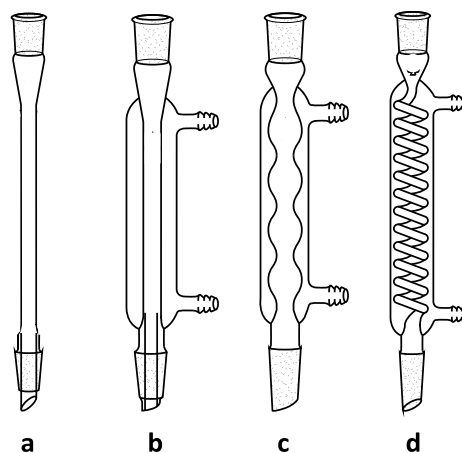
d) Dělicí baňky (tzv. děličky). Jsou to nádoby hruškového (a), kulového (b) nebo válcového (c) tvaru, které jsou v horní části opatřeny zábrusem a zátkou, v dolní části kohoutem a stonkem. Slouží k oddělování navzájem nemísitelných kapalin popř. k extrakcím z kapaliny do kapaliny (tzv. extrakce vytřepáváním). Dělicí nálevky se také často používají k postupnému přikapávání kapalin do reakční směsi (tzv. přikapávačky).



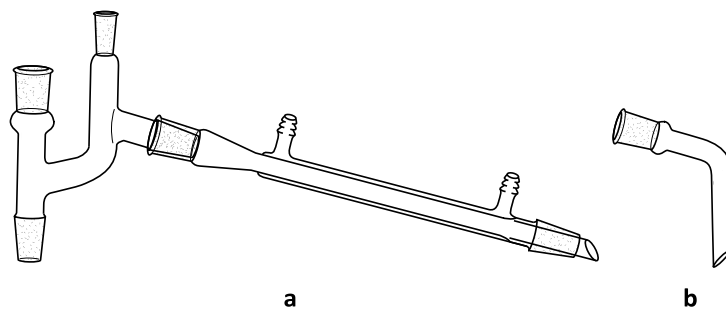
Chladiče

Patří mezi typické součásti aparatur v laboratoři organické chemie. Lze je rozdělit na chladiče zpětné a chladiče sestupné, přičemž v každé kategorii existuje celá řada různých typů a modifikací.

a) Chladiče zpětné. Tyto chladiče se používají ke kondenzaci těkavých složek unikajících z reakční směsi. Pro kondenzaci kapalin vroucích nad 150 °C postačí i dostatečně dlouhá a široká skleněná trubice (tzv. vzdušný chladič, a), jejíž délka by se měla volit tak, aby kondenzace par nastávala přibližně v její spodní třetině. Ve většině ostatních případů se ke chlazení používá voda (tzv. vodní chladiče). Mezi nejběžnější typy vodních chladičů patří chladič Liebigův (b), chladič kuličkový (Allihnův, c) popř. spirálový chladič Dimrothův (d).

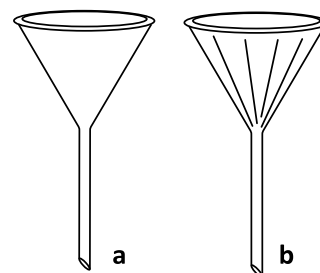


b) Chladiče sestupné. Tento typ chladičů se používá ke kondenzaci těkavých složek odcházejících z reakční baňky a jejich odvádění do jímadla. Tyto chladiče se mohou osadit teploměrem, s jehož pomocí lze sledovat teplotu kondenzujících par. Na konci sestupných chladičů je zpravidla umístěna tzv. alonž (b), která usměrňuje tok kondenzátu do jímací předlohy. Mezi nejpoužívanější typy patří chladič Claisenův (a).



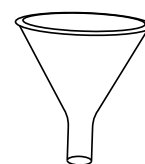
Nálevky

Používají se k nalévání roztoků do nádob s úzkým hrdlem a filtracím za normálního tlaku. Podle zamýšleného účelu použití se volí nálevky s vhodnou délkou a průměrem stonku. Např. nálevky používané při krystalizacích by měly mít co možná nejkratší stonek o relativně velkém průměru, aby filtrace horkých roztoků byla co nejrychlejší a nedocházelo k tvorbě krystalů již ve stonku. Vnitřní povrch nálevky je zpravidla hladký (a), ale pro filtrace větších množství se používají nálevky žebrované (b).



Násypky

Tvarem se podobají nálevkám, mají ale mnohem širší a kratší stonek, který může být ukončen zábrusem. Slouží k nasypání suchých pevných látek do nádob s úzkým hrdlem (zpravidla baněk), aby se zamezilo znečištění jejich zábrusu.



Zátky

K uzavírání zábrusových nádob jsou používány zátky normalizovaných rozměrů, nejčastěji kuželového tvaru, označované symbolem NZ (= normalizovaný zábrus). Jejich velikost je vyjadřována dvěma čísly (např. 14/23 nebo 29/32), kde první označuje horní průměr zábrusu (v mm), druhé číslo jeho délku (také v mm).



Přechodové vložky (redukce)

Slouží k napojování dílů s různými velikostmi zábrusů.



Hodinová (krycí) sklíčka

Kruhová, mírně vypouklá skla různých velikostí, která se používají k přikrývání kádinek, nálevek, baněk a dalších nádob se širokým hrdlem.

3.2 Laboratorní porcelán

Ve srovnání se sklem je množství používaných výrobků z porcelánu v laboratoři organické chemie mnohem menší, neboť tento materiál nemá oproti sklu téměř žádnou výhodu – podobně jako sklo je křehký a navíc je neprůhledný. Naopak odolnost porcelánu proti mechanickému namáhání je v porovnání se sklem zpravidla větší.

Büchnerova nálevka

Jedná se o nejběžnější porcelánový výrobek v laboratoři. Bývá vyrobena z tlustostěnného porcelánu a její válcová část je zakončena dnem s otvory (čím více otvorů, tím je nálevka vhodnější k odsávání). V kombinaci s odsávací baňkou se používá pro odsávání krystalických produktů od matečných louhů.



Hirschova nálevka

Jde o výrobek s analogickým použitím jako Büchnerova nálevka. Díky svému kónickému tvaru a menšímu dnu s otvory je vhodná pro práci s velmi malými objemy popř. malým množstvím krystalů.



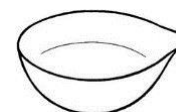
Třecí misky

Jsou to nádoby z tlustostěnného porcelánu, jejich vnitřek není glazován. Používají se k roztírání krystalických látek pomocí porcelánového tloučku.



Odpařovací misky

Jedná se o porcelánové nádoby různých rozměrů sloužící k volné krystalizaci z vodných roztoků nebo jejich odpařování (zahušťování). Neměly by se používat k odpařování ani volné krystalizaci látek z organických rozpouštědel.

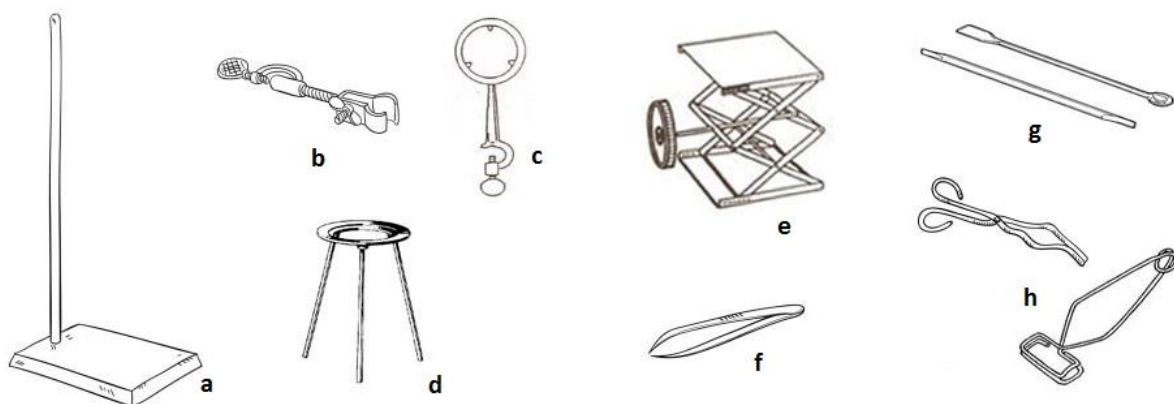


3.3 Pomůcky z ostatních materiálů

Pomůcky z kovů

Při stavbě aparatur se nelze obejít bez stojanů (a) a dalších kovových dílů sloužících k upínání jednotlivých součástí aparatury. Jedná se zejména o různé svorky, držáky (b) a kruhy (c). Dalšími běžnými kovovými součástmi jsou trojnožky (d), které lze použít (v kombinaci s azbestovou sítkou) k zahřívání vodných roztoků v baňkách, kádinkách či miskách. Lze je využít také k podložení topných

lázní a hnízd či jiných součástí aparatur. K těmto účelům se také mohou použít mechanické zvedáčky (e), jejichž výhodou je proměnná výška zdvihu. Dalšími drobnými kovovými pomůckami jsou různé pinzety (f), kopisty, lžičky, špachtle (g) či kleště (h).

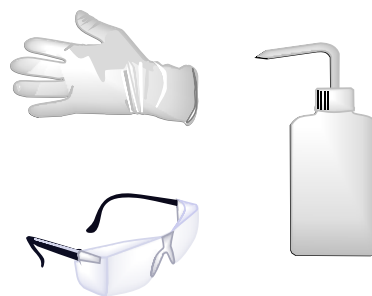


Pomůcky z korku, pryže a plastů

Korek je materiál poměrně pružný a relativně odolný vůči zvýšené teplotě i celé řadě chemikálií. Je poškozován při styku s koncentrovanými anorganickými kyselinami (HNO_3 , H_2SO_4), halogeny a silnými zásadami. Z korku se vyrábí zejména zátky a kruhy pro podkládání baněk s kulatým dnem. Korkovou vrstvou jsou opatřeny také vnitřní části čelistí držáků. Nevýhodou korku je jeho hořlavost.

Pryž (vulkanizovaný kaučuk) se v laboratoři používá zejména ve formě různých zátek a hadic. Tenkostěnné pryžové hadice slouží k vedení plynu a vody, silnostěnné se využívají k práci s vývěvami. Pro práci za zvýšeného tlaku by se měly používat hadice s textilní vložkou.

V laboratořích se stále častěji můžeme setkat také s výrobky z plastických hmot, které nahrazují pomůcky vyrobené z tradičních materiálů. Jedná se především o různé zátky, kohouty, svorky, hadice, stříčky, pipety, lžičky, ochranné pomůcky (brýle, štíty, rukavice), ale i kádinky, odměrné válce, nálevky, násypky a další výrobky. Před jejich použitím je nutno ověřit vhodnost použitého materiálu pro zamýšlený experiment (zejména s ohledem na teplotu a odolnost vůči použitým rozpouštědlům).

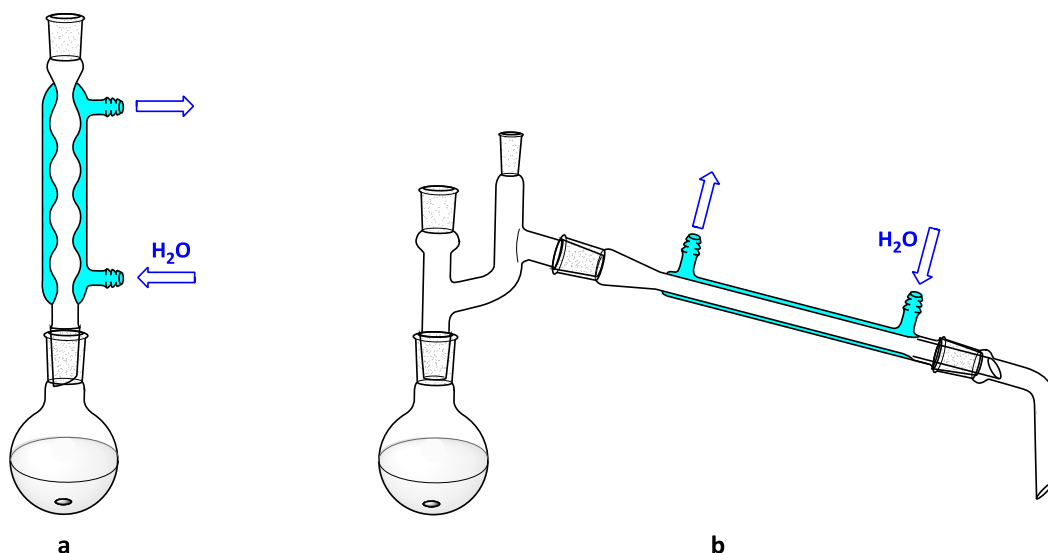


3.4 Zásady při sestavování aparatur a jiné praktické rady

Sestavování aparatury

Záleží na zručnosti a zkušenostech experimentujícího chemika, jak účelně, funkčně a v neposlední řadě také esteticky dokáže využít jednotlivé stavební díly k sestavení aparatury.

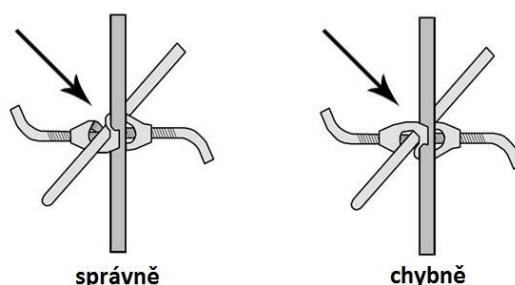
Před začátkem sestavování aparatury je třeba mít alespoň rámcovou představu o její velikosti a počtu stojanů, které budou k jejímu sestavení zapotřebí. Tyto stojany se na pracovním stole rozmístí tak, aby se posléze nemuselo s jednotlivými částmi aparatury příliš manipulovat. Pokud bude součástí aparatury chladič, je třeba zohlednit její umístění na laboratorním stole tak, aby vzdálenost chladiče od zdroje vody a odpadu nebyla příliš velká („aby hadice dosáhly k chladiči“). Zároveň je vhodné na chladič nasadit gumové hadice pro přívod a odvod vody ještě na laboratorním stole před jeho usazením do aparatury, aby se eliminovalo riziko zlomení olivek. Zpětný chladič se upevňuje držákem ke stojanu přibližně v jeho horní třetině. Křídlová matka držáku se utahuje pouze tak, aby chladič vlastní vahou dosedal do zábrusu hrdla baňky, byl ve svislé poloze, ale v držáku „mírně prokluzoval“, aby v případě nutnosti bylo možné provést okamžité zvednutí celé aparatury (např. při náhlém vzkypění obsahu reakční baňky umístěné v topném hnízdu). Sestupný chladič se upevňuje k samostatnému stojanu přibližně uprostřed tak, aby byl zajištěn mírný spád destilované kapaliny do jímací nádoby. Způsob připojení hadic s chladicí vodou je uveden na obrázku 1.



Obrázek 1: Způsob připojení chladicí kapaliny k chladičům zpětným (a) a sestupným (b).

Jednotlivé zábrusové díly se postupně vkládají do sebe (dbá se na to, aby do sebe všechny zábrusy dokonale „zapadaly“) a upevňují se pomocí držáků a svorek ke kovovým stojanům. Vždy je třeba dbát

na správnou orientaci uchycení křížové svorky ke stojanu (viz obrázek 2). Držáky a svorky se nesmí kovovými částmi přímo dotýkat skla, proto jsou vyloženy korkem nebo kouskem pryže. Při sestavování je třeba také dávat pozor na to, aby v aparatuře nenastalo pnutí, které by při následném zahřátí mohlo vést k prasknutí některých skleněných dílů. Největší typ držáků je určen pro uchycení chladičů, držáky s oblými čelistmi slouží k uchycení ostatních skleněných kusů. Nálevky a dělicí nálevky se zpravidla vkládají do kovových kruhů vhodné velikosti. Díly, které by se mohly samovolně uvolnit, je vhodné navzájem zajistit svorkou popř. gumičkou (např. alonž k chladiči). Spojené díly by měly být vyrobeny ze skla o stejné teplotní roztažnosti, aby nedošlo buď k jejich prasknutí, nebo naopak k „zapečení“ zábrusů (díly poté nejdou rozpojit). Zábrusy je vhodné lehce namazat silikonovou vazelínou nebo Ramsayovým tukem (směs vazelíny, parafinu a surového kaučuku). Mazání zábrusů je obzvlášť důležité při práci s alkáliemi či snadno polymerizujícími látkami.



Obrázek 2: *Způsob uchycení křížové svorky k laboratornímu stojanu.*

Rozebírání aparatury, čištění použitého skla a porcelánu

Zábrusové díly by se měly rozebrat ihned po skončení práce, dokud jsou zábrusy ještě teplé, jinak hrozí jejich „zapečení“. Pokud přesto k zapečení zábrusu (např. skleněné zátky) dojde, potom je vhodné nejdříve se pokusit uvolnit jádro něžným vikláním, popř. opatrným poklepáváním dřevěným předmětem nebo o hranu laboratorního stolu. Uvolnit zapečený zábrus může napomoci také jeho zakápnutí glycerolem. Pokud tyto postupy nepomáhají, lze plášť zapečeného zábrusu krátce zahřát kahanem tak, aby se ohřál jenom plášť (nikoliv jádro), a opět se jej snažit rozebrat vikláním, otáčením či poklepáváním o hranu stolu.

Také čištění použitého laboratorního skla, porcelánu a dalších pomůcek by se mělo provádět ihned po skončení vlastního experimentu. Optimální postup při čištění závisí na povaze nečistot. Na vymytí zbytků anorganických sloučenin (solí, kyselin, zásad) nebo ve vodě rozpustných látek se používá teplá voda se saponátem a kartáče na čištění laboratorního nádobí (jejich tvar lze flexibilně uzpůsobit tvaru čištěného nádobí). Pokud není umytí pomocí saponátu dostatečné, lze použít zředěné kyseliny (HCl, H₂SO₄) popř. tzv. chromsírovou směs, která se připraví rozpuštěním 50 g K₂Cr₂O₇ ve 200–250 ml

koncentrované H_2SO_4 . S touto směsí je zapotřebí pracovat s mimořádnou opatrností, neboť se jedná o velmi silnou žíravinu (zpravidla s ní manipuluje pouze pedagogický dozor). Při odstraňování nečistot z laboratorního skla často pomůže jeho ponoření do ultrazvukové lázně.

Na závěr se nádobí vypláchne destilovanou vodou a umístí se do sušárny popř. se ponechá volně oschnout na/v laboratorním stole (podle pokynů pedagogického dozoru). V případě použití sušárny je nutné vkládat nádobí s uvolněnými zábrusy, aby se předešlo jejich zapečení. Do sušárny se nesmí vkládat korkové a pryžové součásti.

Označování vzorků a neoriginálních obalů

Při výuce a experimentální práci je běžnou praxí příprava roztoků nejrůznějších chemických látek. Zde striktně platí zásada, že každá látka nebo směs (roztok), nacházející se v libovolném nepůvodním obalu, musí být označena. Označení by mělo být provedeno čitelným popisem nerozpustným popisovačem přímo na materiál nádoby nebo pomocí nalepovacího štítku. Označení by mělo obsahovat identifikaci sloučeniny, její čistotu a koncentraci, datum přípravy a expirace, jméno osoby, která látku nebo směs připravila, signální slovo a výstražný piktogram (pokud je potřeba, viz přílohy).

Důsledné označování všech používaných roztoků a chemických látek patří ke správné laboratorní praxi a zabraňuje mnohým problémům při řešení praktických úloh.

Příklad tištěné etikety:

HYDROXID SODNÝ (0,1 mol/l)	
	Datum přípravy: 9. 3. 2017
	Datum expirace: 31. 5. 2017
	Připravil/a: <i>L. Nováková</i>
Nebezpečí	
Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí.	

4. ZÁKLADNÍ PŘÍSTROJOVÉ VYBAVENÍ LABORATOŘE ORGANICKÉ CHEMIE

Váhy

V současnosti se v laboratořích používají již téměř výhradně váhy elektronické. V běžné chemické laboratoři se lze setkat se dvěma typy těchto vah, které se od sebe liší svojí přesností a rozsahem.

a) Váhy technické (tzv. předvážky), na kterých lze zpravidla vážit v rozmezí do 100 g až několika kg s citlivostí 0,01–0,1 g.

b) Váhy analytické, které se vyznačují menším rozsahem vážení (obvykle do 100 g), ale výrazně vyšší citlivostí (zpravidla 0,0001 g).

Je vhodné poznamenat, že pro většinu experimentů si organický chemik vystačí s použitím předvážek. Analytické váhy se využívají pouze v případě práce s velmi malými množstvími látek.

Váhy by měly být umístěny na bezprašném místě, které je chráněno před otřesy, výkyvy teplot, průvanem a účinky chemikálií, které by je mohly poškodit.

Sušárny

Sušárny slouží k vysoušení vodou umytého laboratorního nádobí. V některých případech se sušárna může použít k dosoušení vzorků. Do sušárny se nesmí ukládat žádné hořlavé nebo explozivní sloučeniny a její dno by vždy mělo zůstat volné.

Nastavení sušárny provádí pedagogický dozor a studentům není dovoleno ho svévolně měnit.

Topná hnízda

V laboratořích organické chemie se lze nejčastěji setkat s laboratorními topnými hnízdy české výroby nesoucími označení LTH popř. LTHS. Na těchto topných hnízdech je vždy uvedeno číslo, které odpovídá objemu varné baňky, pro jejíž záhřev jsou určena (např. LTH 250 je určeno pro zahřívání baněk o objemu 250 ml). Tato hnízda jsou opatřena regulátorem topného výkonu, pomocí kterého lze plynule regulovat teplotu. Hnízda jsou zpravidla vybavena dvěma na sobě nezávislými topnými okruhy (spodním a bočním).



- 1 – kontrolka (svítí, pokud hnízdo topí)
- 2 – zapínání bočního topného okruhu
- 3 – zapínání spodního topného okruhu
- 4 – regulátor topného výkonu

Hlavní zásady pro bezpečné používání topných hnízd:

- Baňka se do hnízda usazuje tak, aby se zcela dotýkala výplně ze skelné tkaniny, přičemž tato baňka musí být zároveň uchycena držákem k laboratornímu stojanu.
- Na topných hnízdech smí být zahřívána pouze baňka, na které je nasazen chladič (zpětný nebo sestupný), do kterého je nutné pustit chladicí vodu ještě před zapnutím hnízda (s výjimkou tzv. vzdušného chladiče).
- Na začátku zahřívání je vhodné volit spíše nižší intenzitu ohřevu, několik minut vyčkat a teprve poté případně intenzitu přiměřeně upravit (v laboratorních návodech je uvedena přibližná hodnota, na kterou by měl být regulátor teploty nastaven). Nastavení hnízda je třeba konzultovat s pedagogickým dozorem ještě před jeho zapnutím!
- Pokud hladina kapaliny v baňce nedosahuje k úrovni horního okraje hnízda, zapíná se pouze spodní topný okruh (jinak hrozí nebezpečí prasknutí baňky).
- V hnízdech by se nikdy neměly zahřívát kádinky nebo baňky jiného tvaru než s kulatým dnem, ani kovové nádoby.
- Pokud dojde k prasknutí baňky a vylití jejího obsahu do topného hnízda, je třeba ho ihned vypnout, odpojit od elektrické sítě vytažením vidlice ze zásuvky a vyměnit za jiné.

Laboratorní magnetické míchačky

V laboratořích se lze setkat s nepřeberným množstvím různých typů magnetických míchaček mnoha výrobců. Obecně lze ale konstatovat, že obsluha všech těchto míchaček je zpravidla velmi intuitivní. Magnetické míchačky slouží k míchání, pokročilejší typy umožňují také současný ohřev reakční směsi. Pohon kovového, teflonem nebo sklem potaženého míchadla zajišťuje elektromotor s otáčejícím zabudovaným permanentním magnetem. Po straně popř. v zadní části míchadla bývá umístěn hlavní vypínač. Na přední straně bývají umístěny otočné ovladače umožňující plynule nastavovat rychlost otáčení magnetického míchadla, popř. teplotu ohřevné desky.

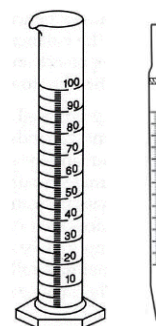
5. NEJBĚŽNĚJŠÍ LABORATORNÍ TECHNIKY V ORGANICKÉ CHEMII

5.1 Vážení

Vážení patří mezi základní laboratorní úkony. Při vlastním vážení je naprosto nezbytné dbát na co nejvyšší čistotu uvnitř i mimo prostor vah. K navažování pevných látek se používají navažovací lodičky popř. hodinová sklíčka. Navažovaná látka se nikdy nepokládá přímo na misku vah! K navažování látek dýmavých, vysoce korozivních nebo hygroskopických se používají tzv. váženky. Nikdy se neváží vzorky právě vyndané ze sušárny (je třeba vyčkat, až vychladnou). Váženky či jiné vážené předměty se kladou do středu misky. K vahám si s sebou experimentující chemik zásadně bere také laboratorní deník, do kterého si zapisuje všechny navážky (k tomuto účelu nikdy nepoužíváme kousky papíru, ani tyto hodnoty nekřičíme na spolupracujícího kolegu vyskytujícího se na opačném konci laboratoře).

5.2 Odměřování objemů

K odměřování množství rozpouštědel potřebných pro provedení experimentu se nejčastěji používají odměrné válce, v případě objemů menších než 10 ml lze využít pipet vhodných objemů (opatřených pipetovacím nástavcem nebo balonkem). Pro většinu experimentů také postačí, když se potřebné množství kapalných reaktantů odměří odměrným válcem popř. pipetou. Naopak při zjišťování výtěžků kapalných produktů (např. množství vydestilované frakce) se používají váhy, neboť platí, že množství kapalných látek lze přesněji určit vážením než měřením jejich objemu.



K odměřování objemů by nikdy neměly být používány kádinky nebo Erlenmeyerovy baňky, neboť stupnice uvedená na těchto nádobách má pouze orientační charakter.

5.3 Zahřívání

Zahřívání patří mezi nejběžnější operace v laboratoři organické chemie, neboť vyšší teplotou lze nejenom urychlit průběh reakcí, ale také podpořit rozpouštění pevných látek, tavení, odpařování, destilace nebo sublimace. Existuje celá řada možností, jak lze zahřívání v laboratoři provádět, přičemž každá má své výhody a nevýhody. Optimální způsob se volí podle charakteru reakční směsi, požadované teploty zahřívání, objemu vzorku, hořlavosti použitých rozpouštědel a celé řady dalších faktorů, které je třeba vzít v potaz. Nejčastěji se používá zahřev pomocí lázně (vodní, olejové, pískové), elektrického topného hnízda nebo plynového kahanu.

a) Zahřívání pomocí lázně. Při zahřevu na teploty nepřesahující cca 80 °C se zpravidla volí lázeň vodní, při teplotách vyšších (do 200–250 °C) se používá lázeň olejová, pro teploty nad 200 °C se hodí

lázně pískové, grafitové nebo kovové. Baňka se do lázně ponoří tak, aby hladina zahřívané látky byla přibližně ve stejné výši jako hladina lázně. Teplota lázně se vždy kontroluje teploměrem odpovídajícího rozsahu, který se do lázně umístí tak, aby byl co nejblíže vyhřívané baňce a zároveň se nedotýkal dna ani stěn nádoby lázně. Při stavbě aparatury se teploměr upevňuje do malého držáku pomocí kousku pryžové hadičky. Zdrojem ohřevu lázně může být elektrická plotýnka (do teplot cca 200 °C), při práci za vyšší teploty se volí záhřev lázně plynovým kahanem a lázeň se umístí na trojnožku se sítkou.

b) Zahřívání pomocí topného hnízda. Pokud to charakter prováděného experimentu dovoluje, k záhřevu reakce se zpravidla používají elektrická laboratorní topná hnízda. Hlavní výhodou jejich použití je eliminace rizika vzniku požáru při práci s hořlavými rozpouštědly, jakož i snadné sestavení aparatury a možnost plynulé regulace intenzity záhřevu. Nevýhodou je nemožnost zjistit přesnou teplotu záhřevu, jakož i riziko úrazu elektrickým proudem při polití hnízda. Hlavní zásady použití laboratorního topného hnízda jsou uvedeny v kapitole 4 (str. 18).

c) Zahřívání pomocí kahanu. Plynové kahaný různého typu (Bunsenův, Tecluho, Meckerův) patří k základnímu vybavení chemické laboratoře. Nicméně s ohledem na jejich hlavní nevýhodu, práci s otevřeným plamenem, se v současnosti používají již pouze pro zahřívání vodních lázní nebo vodných roztoků umístěných na trojnožce se sítkou. Dalšími nevýhodami jsou také vysoké riziko prasknutí zahřívané baňky, jakož i obtížná regulace teploty plamene. Hlavními výhodami tohoto způsobu zahřívání jsou jednoduchost, velký tepelný výkon a malá setrvačnost záhřevu.

Utajený var

Při zahřívání kapalin může dojít k jejich lokálnímu přehřátí a náhlému vzkypění (tzv. utajený var). K utajenému varu dochází tehdy, když se páry destilované kapaliny uvolňují pouze z povrchu hladiny a kapalina uvnitř se přehřeje nad teplotu bodu varu. Potom sebemenším impulzem nebo i samovolně se část obsahu baňky náhle přemění v páru, čímž se prudce zvětší objem a kapalina začne kypět. Riziko tvorby utajeného varu lze efektivně a jednoduše snížit přidáním tzv. varných kamínků do zahřívané kapaliny. Jako varný kamínek mohou posloužit např. malé kousky neglazovaného porcelánu nebo jiného porézního materiálu. Při zahřívání se na nerovném povrchu varného kamínku plynule uvolňují páry zahřívané látky, čímž se obsah destilační baňky neustále promíchává a prohřívá rovnoměrněji. Je třeba mít na paměti, že varný kamínek se do roztoku umísťuje před začátkem zahřívání. V případě opomenutí se nikdy dodatečně nevhazuje do roztoku již zahřátého na teplotu blízké bodu varu rozpouštědla. V takovém případě je třeba vyčkat, až kapalina vychladne, a teprve poté do baňky vhodit kamínek a začít ji znova zahřívát.

5.4 Chlazení

Chlazení patří k neméně důležitým a běžným laboratorním operacím jako zahřívání. Nejjednodušší způsob je ochlazování proudem studené tekoucí vody, kterou chladíme stěny baňky. Tímto způsobem se např. chladí reakční směsi zahřáté během smíchání reaktantů, ochlazují se zbytky v destilační baňce před jejich vylitím do odpadní nádoby apod.

Často je zapotřebí ochlazovat reakční baňku také v průběhu vlastní reakce (v případě silně exotermických reakcí popř. během syntézy velmi termolabilních sloučenin). Také toho lze snadno docílit pomocí lázně se studenou vodou, do které se nádoba ponoří. V takových případech je proto vhodné sestavit aparaturu tak, aby reakční baňka byla umístěna nad úrovní laboratorního stolu, aby pro umístění chladicí lázně byl pod baňkou dostatek místa. Pro zvýšení účinnosti chlazení lze do vodní lázně přidat led. Je-li zapotřebí pracovat při teplotách nižších než 0 °C, ke chlazení se používají různé chladicí resp. mrazicí směsi. Nejjednodušší je použití směsi ledu a chloridu sodného v poměru 10:3, pomocí které lze dosáhnout teploty až -20 °C. Použitím směsi ledu a hexahydrátu chloridu vápenatého lze docílit teploty až -55 °C. Chlazení na teploty kolem -70 °C lze docílit pomocí suspenze pevného oxidu uhličitého („suchého ledu“) v organickém rozpouštědle (v ethanolu -75 °C, v acetonu -86 °C, v diethyletheru -90 °C).

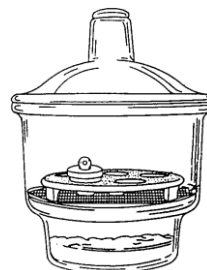
K ochlazování par unikajících z reakční baňky slouží chladiče, v nichž se jako chladicí médium nejčastěji používá voda (tzv. vodní chladiče). Pro kapaliny vroucí nad 150 °C lze použít tzv. chladiče vzdušné. Více informací o použití chladičů lze nalézt v oddíle „5.7 Destilace“ (str. 25).

5.5 Sušení

Sušení je proces, kterým se z pevných, kapalných nebo plyných látek odstraňuje voda. Při volbě způsobu sušení se musí brát v úvahu skupenství sušené látky, množství vody v ní obsažené a požadovaný stupeň vysušení. K sušení se využívají buď běžné fyzikální pochody (odpařování, destilace, vymrazování) nebo se provádí pomocí sušidel.

a) Sušení pevných látek je založeno na odpařování vlhkosti do okolního prostředí. Nejběžnější a zároveň nejjednodušší způsob je rozprostření vlhké látky na filtračním papíru, porcelánové misce nebo hodinovém skle a sušení za laboratorní nebo zvýšené teploty. V případě použití laboratorní sušárny se teplota nastaví na hodnotu o přibližně 10–20 °C nižší, než je bod tání sušené látky.

Látky citlivé na zvýšenou teplotu nebo vzdušnou vlhkost se nejčastěji suší v exsikátorech, což jsou silnostěnné dvoudílné nádoby, které se používají na vysoušení preparátů nebo k přechovávání hygroskopických látek. Jejich účinnost lze zvýšit snížením tlaku uvnitř exsikátoru (tzv. vakuový exsikátor) pomocí



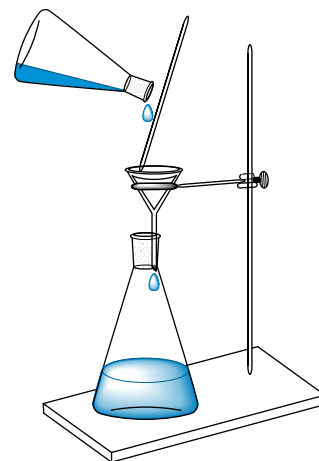
kohoutu v horní části (víku). Spodní prostor exsikátoru obsahuje náplň (látky, které v prostoru udržují nízkou tenzi vodních par, např. silikagel nebo CaCl_2) a bývá oddělen perforovanou porcelánovou vložkou od části, kam se vkládá vysoušený materiál. Je třeba mít na paměti, že sušení není okamžitý proces a jeho doba závisí na rychlosti ustavení rovnováhy mezi vlhkostí vysoušené látky a okolního prostředí, což může trvat i několik dnů.

b) Sušení kapalin se nejčastěji provádí v Erlenmeyerových baňkách nebo jiných vhodných skleněných nádobách přidavkem sušidel, která se poté odstraní filtrací. Je nezbytné, aby použité sušidlo bylo vůči sušené kapalině inertní. Sušidla mohou vodu z rozpouštědel odnímat různými mechanismy, nejčastěji adsorpcí (např. silikagel, Al_2O_3), tvorbou hydrátů (např. bezvodé MgSO_4 , CaCl_2 , Na_2SO_4) nebo hydroxidů (např. sodík, CaO). Obecně platí, že se sušidlo přidává postupně („po malých lžičkách“) za neustálého krouživého pohybu s baňkou až do doby, kdy přidávaná látka přestane tvořit hrudky a zůstává volně syplá. Potřebné množství sušidla je samozřejmě přímo úměrné obsahu vody. Je třeba mít na paměti, že přidání nepřiměřeně velkého množství sušidla je nejenom neekonomické, ale zároveň vede ke snížení výtěžku produktu adsorpcí na jeho povrchu.

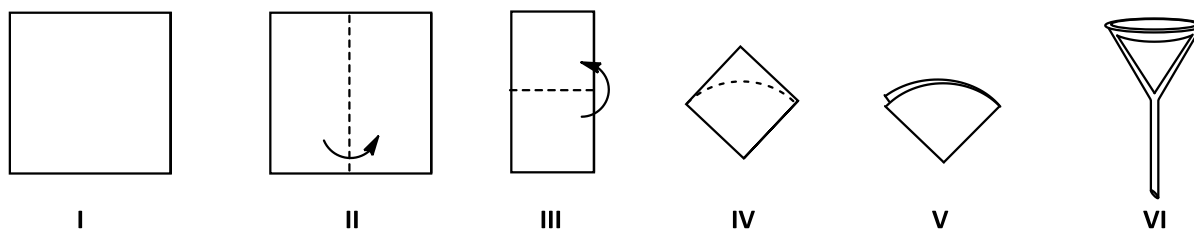
5.6 Filtrace

Filtrace je proces, při kterém se odděluje fáze kapalná od fáze tuhé za pomoci filtračního materiálu (filtrační papír, skleněná frit, plát, vata apod.). V laboratoři se nejčastěji používá filtrace za běžného nebo sníženého tlaku.

a) Filtrace za běžného tlaku. Používá se nálevka opatřená filtrem, která se vkládá do kruhu, který se upevní ke stojanu. Nádoba na zachycení filtrátu (nejčastěji kádinka nebo Erlenmeyerova baňka) se umístí tak, aby se stonek nálevky dotýkal stěny nádoby (v případě Erlenmeyerovy baňky jejího hrdla) a filtrát po ní volně stékal. Filtrovaná suspenze se opatrně vlévá na filtr po skleněné tyčince, kterou pod vhodným úhlem přiblížíme k filtru. Množství filtrované suspenze by mělo dosahovat nejvýše 0,5 cm pod horní okraj filtru.

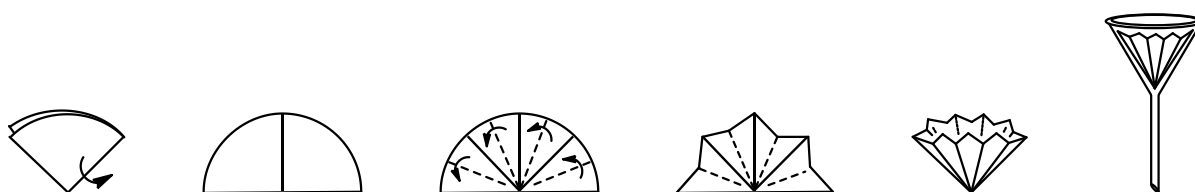


Filtr se připravuje postupem znázorněným na obrázku 3. Čtverec filtračního papíru přiměřené velikosti (I) se přeloží nejdříve na polovinu (II), poté na čtvrtinu (III) a volné okraje se sestříhnou do čtvrtkruhového výseku (IV). Rozevřením vznikne kužel (V), který se vloží do filtrační nálevky (VI).



Obrázek 3: Příprava filtru.

Pro urychlení filtrace je vhodné použít tzv. skládaný filtr, který má větší styčnou plochu. Ten se připraví tak, že se výsek (V) získaný výše popsáním způsobem rozloží do půlkruhu a postupně se vějířovitě překládá od středu k obvodu (obrázek 4).

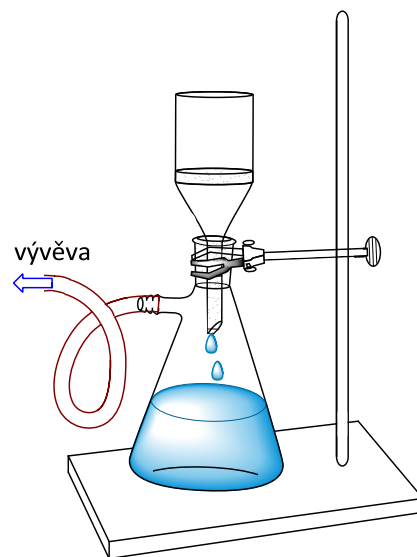


Obrázek 4: Příprava skládaného filtru.

Porozita použitého filtračního papíru se volí podle typu filtrované suspenze tak, aby filtrát zůstal čistý a filtrem neprocházely pevné částice. Je třeba mít na paměti, že použití filtru s příliš malými póry může filtraci výrazně zpomalit či úplně zbrzdit („póry se ucpou“). Když se naopak použije filtr s příliš velkými póry, může docházet k průniku pevných částic do filtrátu, který pak není čistý. Pro většinu operací v laboratoři organické chemie dobře poslouží běžný filtrační papír dodávaný v arších. Vždy je však třeba volit nejenom vhodnou porozitu filtru, ale také jeho velikost, jakož i velikost použité nálevky. Filtrace pomocí příliš malého filtru je totiž časově náročná a filtr nemusí pojmout veškeré množství pevné složky, naopak v příliš velkém filtru může zůstat velké množství kapalného produktu, což negativně ovlivní výtěžek experimentu. Obecně platí zásada, že horní okraj filtru by měl končit přibližně 3–5 mm pod okrajem nálevky.

V případě filtrace silně kyselých či silně zásaditých roztoků je třeba použít namísto filtračního papíru skleněnou fritu. Pro filtraci vzorků velmi malých objemů lze využít Pasteurovu pipetu popř. skleněnou trubičku, do které se umístí malý smotek vaty (pro urychlení filtrace lze vytvořit přetlak pomocí pipetovacího dudlíku).

b) Filtrace za sníženého tlaku. K filtraci za sníženého tlaku, která je oproti předchozí technice výrazně rychlejší, se nejčastěji využívá odsávací baňka opatřená Büchnerovou popř. Hirschovou nálevkou. Na dírkované dno těchto nálevek se umístí filtrační papír, jehož velikost se volí tak, aby byl o málo (několik mm) menší než vnitřní průměr nálevky a zakrýval všechny otvory. Pokud to charakter experimentu dovoluje (nepracuje se ve striktně bezvodém prostředí), je vhodné filtr před nanesením vzorku mírně ovlhčit, aby k nálevce lépe přilnul. Po skončení filtrace se pomocí obrácené hladké skleněné zátky z filtračního koláče vymačkají zbytky matečného louhu. V případě, že žadaným produktem je látka zachycená na filtračním papíře (filtrační koláč), ještě se na závěr promyje přiměřeně malým množstvím vychlazeného rozpouštědla (tzv. „vykrytí“).



Jako zdroj sníženého tlaku se nejčastěji využívají vodní vývěvy popř. ekologicky šetrnější, ale finančně mnohem náročnější vývěvy elektrické (zejména membránové). V případě použití vodní vývěvy je třeba mít na paměti, že při ukončení filtrace se nejdříve od vývěvy odpojí odsávací baňka, teprve poté se uzavře přívod vody do vývěvy. V opačném případě by totiž mohlo dojít ke zpětnému nasátí vody do odsávací baňky a znehodnocení filtrátu.

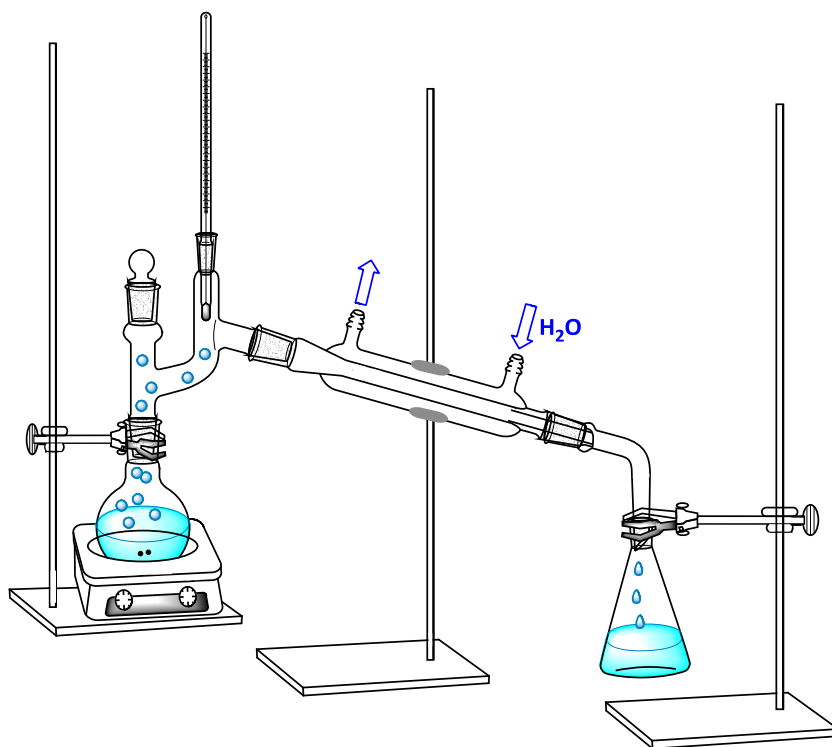
5.7 Destilace

Destilace patří mezi nejběžnější izolační metody používané v organické chemii. Principem této techniky je dělení jednotlivých kapalných složek vzorku (reakční směsi, extraktu apod.) na základě jejich bodů varu. Při destilaci se látka zahřátím převede do plynného skupenství a v jiné části destilační aparatury (v chladiči) se poté opět zkapalní. Tato dělicí technika se využívá k přečištění těkavých kapalin (např. rozpouštědel) nebo jejich směsí.

Dle způsobu provedení a uspořádání destilační aparatury se rozlišuje destilace jednoduchá (prostá), destilace frakční a destilace s vodní parou. První dvě techniky se mohou provádět buď za běžného (atmosférického), nebo sníženého tlaku. Práce za běžného tlaku neklade takové nároky na přístrojové vybavení laboratoře (není třeba používat membránovou/olejovou vývěvu) a používá se, pokud body varu látek, které jsou destilovány, jsou dostatečně nízké. Pokud je však izolovaná sloučenina za běžného tlaku málo těkavá (popř. termolabilní), volí se destilace za sníženého tlaku, neboť snížením

tlaku v destilační aparatuře zároveň dochází ke snížení hodnot bodů varu všech sloučenin. Pro izolaci vysokovroucích látek, které tvoří s vodou azeotropní směsi, se často používá destilace s vodní parou.

a) Destilace jednoduchá. Tento způsob destilace se používá zejména k oddělení kapalin, které se značně liší hodnotami svých bodů varu popř. k oddělení kapalin od netěkavých příměsí. Většinou se provádí za atmosférického tlaku. Aparatura sestává z varné baňky, sestupného chladiče, alonže a jímací baňky (obrázek 5). Chladič je osazen teploměrem o vhodném rozsahu a chlazení je zapojeno protiproudě (tzn. přívod vody na spodní část chladiče). Varná (destilační) baňka se zahřívá pomocí topného hnízda popř. vodní, olejové nebo pískové lázně. Baňku je třeba zahřívát rovnoměrně. Měla by být naplněna přibližně z 50–70 % svého objemu. Před začátkem destilace se do ní umístí varné tělísko (např. kousek keramického neglazovaného střepu, úlomky skleněných trubiček), které zabraňuje utajenému varu (viz str. 21). Intenzita zahřívání destilační baňky se reguluje tak, aby všechny páry při průchodu chladičem stačily zkondenzovat (nejlépe v jeho první polovině) a pomalu odkapávat do jímací nádoby (rychlostí přibližně 1 kapky za sekundu). Při příliš intenzivním záhřevu hrozí jednak vzkypění obsahu destilační baňky a zároveň může docházet ke strhávání par výševroucích složek do destilátu. Obě eventuality vedou k nežádoucí kontaminaci destilátu. Jako jímadlo se nejčastěji používá Erlenmeyerova baňka nebo jiná baňka se zúženým hrdlem (nikdy ne kádinka nebo odpařovací miska!). V případě, že je destilát těkavý (bod varu do 40 °C), lze jímadlo chladit pomocí lázně s vodou nebo ledem. Pokud naopak destilovaná látka v chladiči tuhne, lze na nezbytně krátkou dobu vypnout chladicí vodu (popř. ji z chladiče úplně vypustit).

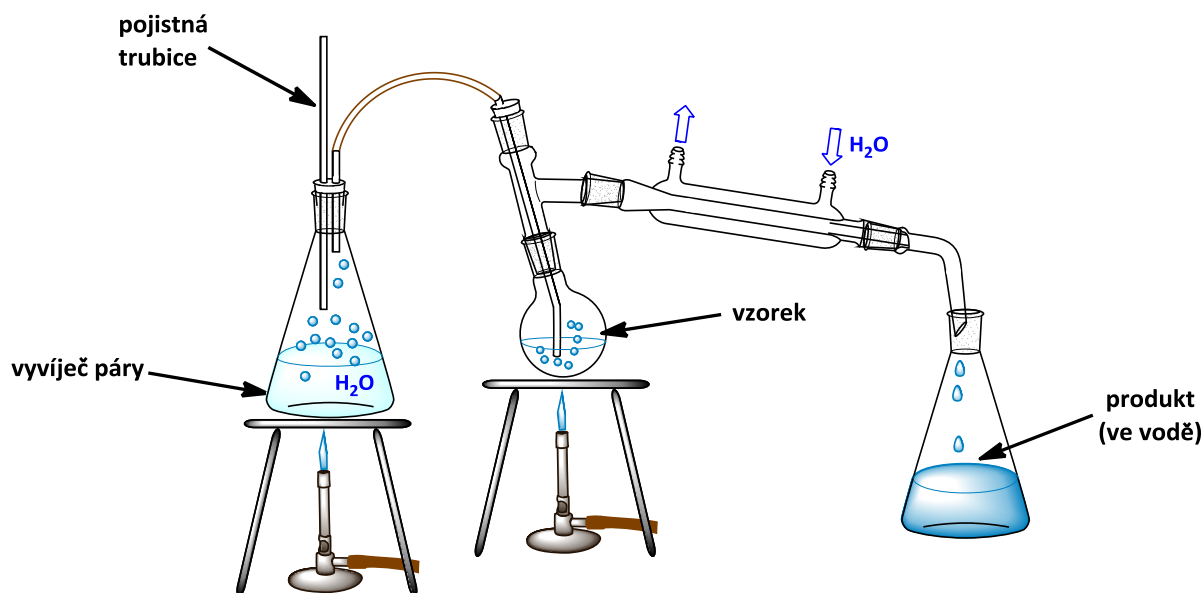


Obrázek 5: Aparatura pro jednoduchou destilaci.

b) Destilace frakční (frakcionace). Tato metoda je založena na skutečnosti, že zahříváním směsi látek o různých bodech varu jsou páry destilovaných látek vždy bohatší na podíly těkavější složky. Během tohoto způsobu destilace se pečlivě sleduje teplota par destilované směsi a jímají se jednotlivé podíly, tzv. frakce, v pořadí rostoucích bodů varu. Teplota lázně se udržuje obvykle o 30–40 °C nad bodem varu kapaliny. Intenzita zahřívání se nastaví tak, aby páry destilované složky kondenzovaly přibližně v první třetině délky chladiče. Po uvedení směsi v destilační baňce do varu začnou stoupající páry vyhřívat prostor nad destilovanou kapalinou a nakonec postoupí až k rezervoáru rtuti teploměru.

V případě dělení látek, které se příliš neliší svými body varu (alespoň 30–40 °C), je však velmi obtížné získání zcela čistých frakcí. Pro zvýšení účinnosti destilace se proto mezi varnou (destilační) baňku a chladič vkládá další část aparatury, tzv. rektifikační kolona. Při průchodu touto kolonou se na jejím povrchu páry výševroucí látky ochlazují, kondenzují a stékají zpět do destilační baňky, zatímco páry níževroucí složky se dostávají až k začátku sestupného chladiče, kde kondenzují, a postupují k jímadlu.

c) Destilace s vodní parou (přehánění vodní parou). Tento způsob destilace se využívá k oddělení vysokovroucích látek, které těkají s vodní parou, od látek netěkavých. Při destilaci s vodní parou tyto vysokovroucí látky destilují při teplotách nižších než 100 °C (páry obou složek vytvoří při destilaci azeotropickou směs). Tímto postupem lze oddestilovat látky s body varu až 300 °C. Aparatura pro destilaci s vodní parou (obrázek 6) sestává z vyvíječe vodní páry, destilační baňky s nástavcem na destilaci (přehánění) s vodní parou, chladiče, alonže a jímadla. Jako vyvíječ vodní páry slouží Erlenmeyerova baňka umístěná na trojnožce se sítkou, naplněná vodou a intenzivně zahřívána kahanem. V hrdle vyvíječe je zátka se dvěma otvory. V jednom je umístěna pojistná trubička dosahující ke dnu vyvíječe páry, která slouží jako pojistka pro odvod vody při případném ucpání převáděcí trubice. Druhým otvorem prochází krátká ohnutá trubička, která je spojena hadicí s nástavcem pro destilaci s vodní parou, který se nasazuje na baňku, ve které je umístěn vzorek. Destilační baňka se vzorkem se začne lehce zahřívát (kahanem nebo topným hnízdem) až tehdy, když objem v destilační baňce začne narůstat v důsledku kondenzace vodní páry. Množství kapaliny v destilační baňce by nemělo přesáhnout polovinu jejího objemu. Pokud jímáný kondenzát tuhne již v chladiči, lze na nezbytně krátkou dobu vypnout přívod studené vody, čímž dojde k rozpuštění kondenzátu horkou parou. Destilace se ukončí zhasnutím kahanu pod vyvíječem vodní páry a okamžitým odpojením přívodu páry do destilační baňky (která se také přestane zahřívát).



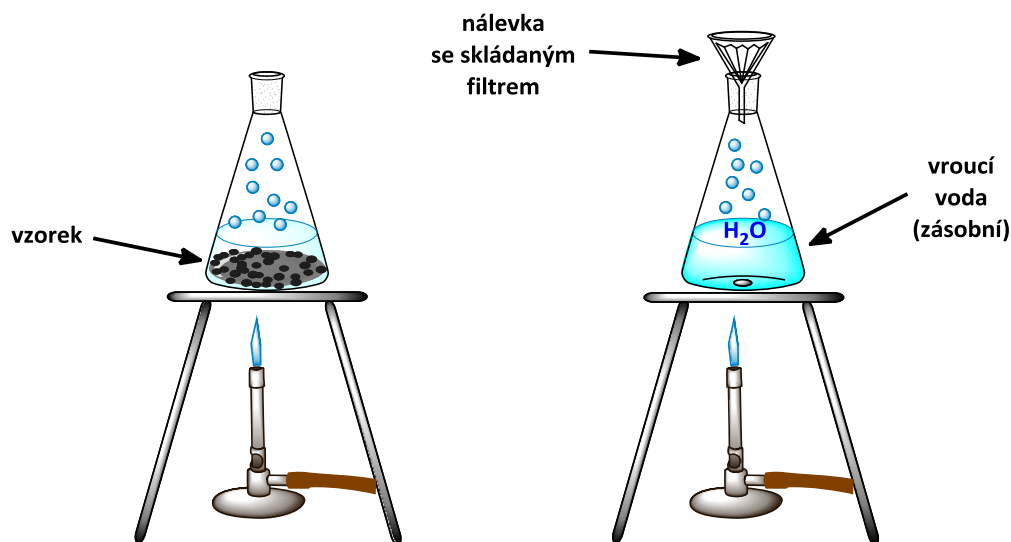
Obrázek 6: Aparatura pro destilaci s vodní parou.

5.8 Krystalizace

Princip této důležité a efektivní čistící techniky spočívá v rozpouštění přečišťované látky ve vhodném rozpouštědle a jejím opětovném vyloučení v krystalické formě. V případě potřeby se před začátkem tvorby krystalů roztok zfiltruje, aby se odstranily přítomné pevné částice (např. mechanické nečistoty nebo aktivní uhlí přidané k odbarvení roztoku). Při tomto procesu se využívá skutečnosti, že se rozpustnost naprosté většiny organických sloučenin zvyšuje se vzrůstající teplotou. Klíčem k úspěšnému přečištění preparátu pomocí krystalizace je správná volba použitého rozpouštědla. Vhodnost rozpouštědla se posuzuje zejména podle rozdílu rozpustnosti přečišťované látky ve vroucím rozpouštědle a její rozpustnosti při nižší, zpravidla laboratorní teplotě. Ideální situace, kdy je látka velmi dobře rozpustná za horka a prakticky nerozpustná při laboratorní teplotě, je naprostou výjimkou. Proto vždy zůstává ve zchlazeném roztoku po oddělení krystalů, v tzv. matečném louhu, kromě odstraňovaných nečistot i část přečišťované látky. Z tohoto důvodu je třeba při každé krystalizaci počítat s často poměrně značnými ztrátami, které lze minimalizovat zručností experimentátora a dodržením některých jednoduchých zásad uvedených níže.

a) Krystalizace organických látek z vody. K této operaci jsou potřeba dvě Erlenmeyerovy baňky přiměřeného objemu, nálevka s kratším širším stonkem a skládaný filtr. V jedné baňce se připravuje za varu nasycený vodný roztok přečišťované látky, ve druhé baňce je umístěna zásoba vroucí vody a současně je v jejím hrdle vyhřívána nálevka, v níž je umístěn připravený skládaný filtr. Baňky se

mohou zahřívát pomocí kahanu a trojnožky se sítkou nebo lze využít i elektrickou varnou plotýnku (obrázek 7).



Obrázek 7: Rekrytalizace látky z vroucí vody.

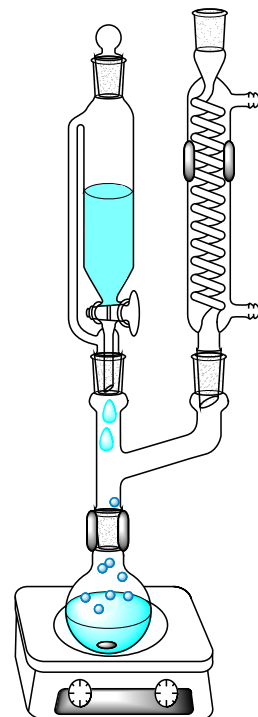
Rekrytalizace z vody se provádí dle následujícího postupu:

- Zpočátku k přečišťované látce přidají přibližně $\frac{2}{3}$ předpokládaného množství studené vody (množství se odvodí podle hodnoty rozpustnosti uvedené v tabulkách či laboratorních návodech, popř. po konzultaci s pedagogickým dozorem), vhodí se varný kamínek a suspenze se za občasného míchání skleněnou tyčinkou přivede k varu.
- Poté se po malých dílech přidává další vroucí voda (z druhé Erlenmeyerovy baňky), až se látka právě rozpustí. Pro odbarvení vzorku se k roztoku často přidává aktivní uhlí (tzv. karborafin), a to v množství přibližně 1 malá lžička/100 ml. Pozor, aktivní uhlí se přidává až k horkému nasycenému roztoku (pokud by se přidalo hned na začátku, nebylo by patrné, jak se látka rozpouští). Před přidavkem aktivního uhlí je bezpodmínečně nutné baňku s roztokem odstavit z tepelného zdroje, aby nedošlo k jeho vzkypění!
- Po přidavku uhlí a krátkém opětovném povaření se vzorek zfiltruje přes skládaný filtr. Pro filtraci se použije vodní parou vyhřátá nálevka se skládaným filtrem z Erlenmeyerovy baňky, kde byla umístěna zásoba vroucí vody. Před vlastní filtrací se z této baňky vyleje téměř všechna voda (stačí, když vodou zůstane lehce zakryté dno), mezi hrdlo baňky a nálevku se vloží proužek filtračního papíru (aby z baňky mohl unikat vzduch) a ihned se začne filtrovat.
- Během celé operace se obsah obou Erlenmeyerových baněk neustále zahřívá k mírnému varu, aby se omezila nežádoucí krystalizace látky na filtru na minimum. Filtrát se poté ponechá volně zchladnout na laboratorní teplotu. Není vhodné krystalizaci urychlovat ochlazováním vodou,

neboť při rychlém průběhu krystalizace může docházet ke strhávání nečistot do krystalických struktur přečišťované látky.

- Vyloučené krystaly se oddělí od matečného louhu filtrací pomocí Büchnerovy nálevky popř. frity a přesuší na filtračním papíře nebo hodinovém skle.
- Někdy mají krystalizované látky tendenci vytvářet přesycené roztoky a po ochlazení se žádné krystaly netvoří. V takových případech se roztok tzv. „očkuje“ krystalkem téže látky (proto je vhodné si před vlastní krystalizací ponechat několik krystalků právě pro tento případ).

b) Krystalizace látek z organických rozpouštědel. Přečišťovaná látka se umístí do varné baňky opatřené Y-kusem, do jehož bočního ramene je nasazen zpětný chladič. Do tubusu, který je v ose baňky, se nasadí přikapávací nálevka s rozpouštědlem. K pevné látce se přidají přibližně $\frac{1}{4}$ předpokládaného objemu rozpouštědla, vhodí se varný kamínek, nasadí se zpětný chladič i přikapávací nálevka a suspenze se uvede do varu (pomocí vodní lázně nebo topného hnízda). Další rozpouštědlo se přidává postupně, po malých dávkách, aby nedošlo k přílišnému zchladnutí suspenze a přerušení varu v baňce. Rozpouštědlo se přidává do úplného rozpuštění přečišťované substance (s výjimkou mechanických nečistot). V případě použití aktivního uhlí nebo jiného adsorbentu se postupuje podobně, jako je popsáno u krystalizace z vody. Filtrace se provádí pomocí nálevky a baňky předem předeřátých v sušárně.

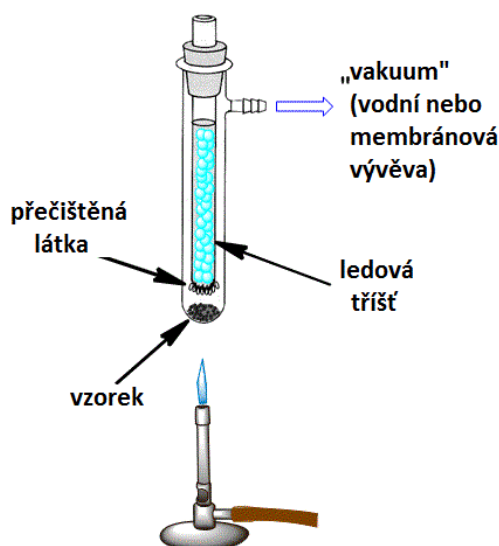


5.9 Sublimace

Sublimace je děj, při kterém dochází k přechodu látky ze skupenství pevného do skupenství plynného. Tento proces lze využít k izolaci popř. čištění krystalických sloučenin od netěkavých (popř. málo těkavých) příměsí. Sublimovat lze obecně všechny sloučeniny, které mají dostatečnou tenzi par při teplotách pod jejich bodem tání (pokud se sublimace provádí z taveniny, označuje se jako kvazisublimace). Vlastní provedení je založeno na neustálém porušování rovnováhy mezi látkou v pevném skupenství a jejími parami, které ji obklopují. Toho se docílí tím, že se látka zahřívá a vznikající páry se odvádí do kondenzačního prostoru, kde dochází k vylučování pevné fáze na ochlazených plochách. Rychlost sublimace lze ovlivnit teplotou, tlakem a způsobem provedení experimentu. Snížením tlaku dochází zároveň ke snížení teploty sublimace a jejímu výraznému urychlení, což je výhodné zejména u látek, které se za vyšších teplot rozkládají. Zároveň je vhodné volit takový sublimátor, aby chlazená plocha byla co možná nejbližší k přečišťované látce.

Obecně platí, že sublimace má oproti krystalizaci několik výhod. Pomocí sublimace lze poměrně rychle a snadno oddělit látky těkavé od netěkavých, sublimát neobsahuje žádné rozpouštědlo a při použití vakuové sublimace se také z přečišťované substance dokonale odstraní vlhkost. Látky, které lze sublimovat, lze nejefektivněji přečistit kombinací sublimace a krystalizace.

Při vlastním přečištění se postupuje tak, že se na dno sublimátoru nasype přečišťovaná látka, a to takové množství, aby zaplňovala prostor maximálně do poloviny vzdálenosti mezi dnem a chladícím prstem (obrázek 8). Po připojení sublimátoru k vývěvě se začne dno sublimátoru opatrně zahřívat na teplotu přibližně o 10 °C nižší, než je bod tání přečišťované sloučeniny. Po ukončení sublimace se produkt opatrně seškrábne pomocí laboratorní špachtle nebo spláchne čistým rozpouštědlem, které se poté odpaří.



Obrázek 8: Přečištění látky sublimací.

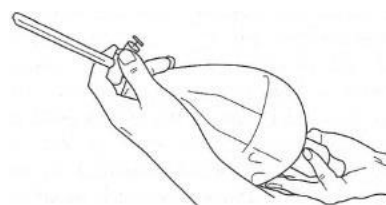
5.10 Extrakce

Extrakce je proces, při kterém ze směsi pevných, kapalných nebo plynných látek přechází požadovaná složka do vhodného rozpouštědla.

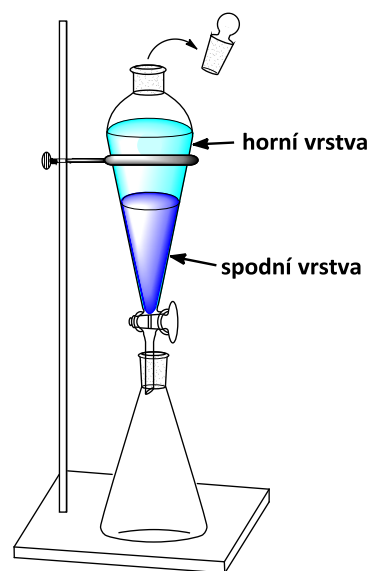
a) Vytřepávání je nejjednodušší forma extrakce, při které se získává (nebo odstraňuje) z roztoku látka protřepáním s vhodným rozpouštědlem. Použité rozpouštědlo by mělo být téměř nemísitelné s rozpouštědlem v původním roztoku a zároveň by mělo v maximální míře rozpouštět přečišťovanou (popř. odstraňovanou, nežádoucí) sloučeninu. Ve většině případů je jednou ze složek voda, druhou pak organické, s vodou nemísitelné rozpouštědlo. Vytřepávání se provádí v dělicích nálevkách vhodné velikosti (tj. takové, aby celkový objem extrahovaného roztoku a extrakčního činidla nepřesáhnul přibližně $\frac{3}{4}$ objemu nálevky). Před započatím práce je velmi důležité zkontrolovat těsnost a volnou

otáčivost kohoutu dělicí nálevky, jakož i těsnost zátky uzavírající její hrdlo. To lze nejlépe vyzkoušet pomocí rozpouštědla, které bude použito při vlastní extrakci. Použití vody pro tento účel však není příliš vhodné, neboť voda má velké povrchové napětí, takže se případné netěsnosti kohoutu či zátky nemusí projevit. Případné netěsnosti kohoutu nebo zátky lze zpravidla odstranit použitím tuku na zábrusy. Je třeba vyvarovat se použití příliš velké vrstvy tuku, neboť ten se během vytřepávání začne vymývat do rozpouštědla a netěsnost zábrusu se poté opět projeví (navíc může dojít ke kontaminaci extrahované látky). Množství tuku by mělo být takové, aby zábrus po otočení jádra v plášti pouze zprůhlednil, ale nevytlačil ven přebytečné mazadlo. Tuk se nanáší pouze na horní polovinu zábrusu, část kolem otvoru se ponechává suchá. Dělicí nálevky se během práce vkládají do železných kruhů upevněných k laboratorním stojanům. Pod nálevku je vhodné umístit kádinku pro případ nenadálého úniku vzorku (např. kvůli prokapávání kolem kohoutu, nechtěnému pootočení kohoutu apod.).

Po přidání extrakčního rozpouštědla nálevku zazátkujeme a uchopíme do dlaně tak, abychom jí přidržovali zátku, a otočíme ji stonkem vzhůru. Poté ihned druhou rukou opatrně otevřeme kohout, aby se uvolnil případný přetlak, přičemž stonkem míříme do volného prostoru. Po odvzdušnění kohout opět uzavřeme, nálevku uchopíme druhou rukou tak, abychom s ní přidržovali kohout, a důkladně obě fáze protřepáme a na závěr ji opět odvzdušníme.



Poté umístíte nálevku do kruhu, vyjmeme zátku (!) a ponecháme obě fáze oddělit. Kapky rozpouštědla, které po oddělení ulpěly na stěnách nálevky v „druhé“ vrstvě, lze uvolnit opatrným krouživým pohybem dělicí nálevkou popř. jemným poklepáváním na stěny nálevky (např. plastovým popisovačem). Spodní vrstvu vypustíme kohoutem do připravené nádoby, horní buď ponecháme v nálevce (pokud extrakci budeme provádět opakovaně), nebo ji vylijeme hrdlem. Celý postup se zpravidla opakuje 2–3× (platí, že několikanásobná extrakce menším množstvím rozpouštědla je účinnější než jednorázová extrakce velkým objemem). Pokud je při extrakci použito rozpouštědlo s nižší hustotou, než má voda

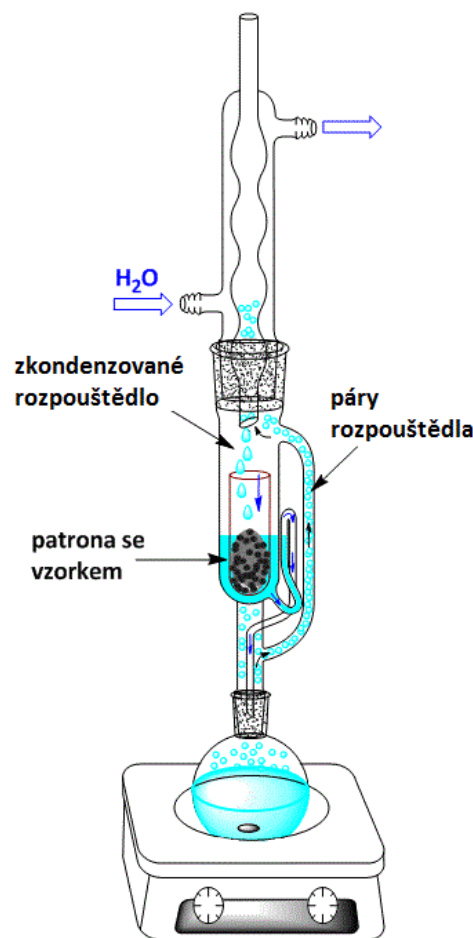


(např. diethylether, toluen, petrolether, hexan), tvoří extrakt horní vrstvu. Při použití rozpouštědel s vyšší hustotou (např. chloroform, dichlormethan) je extraktem vrstva spodní. V případě pochybností, která vrstva je vodná, odpustíme z dělicí nálevky přibližně 1 ml spodní vrstvy do zkumavky, pomocí stříčky nebo Pasteurovy pipety k ní přidáme trochu vody a sledujeme, zdali se oddělují dvě vrstvy, nebo jsou obě kapaliny navzájem mísitelné.

Někdy mohou nastat při oddělování dvou vrstev obtíže s nedokonalým oddělováním obou vrstev a tvorbou emulzí. „Rozbití“ emulze a lepšího oddělení lze často dosáhnout přidavkem chloridu sodného, čímž se zvýší hustota vodné fáze a zároveň sníží rozpustnost organických složek extraktu (látky se tzv. vysolí). Nedokonalé oddělení vrstev ovšem často způsobují emulgující látky přítomné v extraktu. V takovém případě je nejvhodnější použití laboratorní centrifugy, pokud je k dispozici.

V případě tmavých roztoků je vhodné je před jejich extrakcí odbarvit přidavkem karborafinu (vodné nebo alkoholické roztoky) nebo oxidu hlinitého (nepolární roztoky), aby v dělicí nálevce bylo možné dobře rozeznat fázové rozhraní.

b) Použití Soxhletova extraktoru. Soxhletův extraktor (obrázek 9) je nejběžnějším typem přístroje pro extrakci pevných látek organickými rozpouštědly. Extrahovaný vzorek se umístí do extrakční patrony, zatímco do varné baňky se odměří rozpouštědlo (často směs několika různých). Po zahájení zahřívání baňky procházejí páry rozpouštědla bočním ramenem extraktoru do zpětného chladiče, kde kondenzují, a kapalně (zkondenzované) rozpouštědlo protéká přes patronu se vzorkem zpět do varné baňky. Tento proces se kontinuálně opakuje několik desítek minut i hodin, přičemž dochází k akumulaci rozpustného podílu ve varné baňce. Po ukončení extrakce se odpařením (oddestilováním) rozpouštědla z varné baňky získá produkt (extrakt).



Obrázek 9: Soxhletův extraktor.

6. ZÁKLADNÍ TECHNIKY IDENTIFIKACE A CHARAKTERIZACE PRODUKTŮ

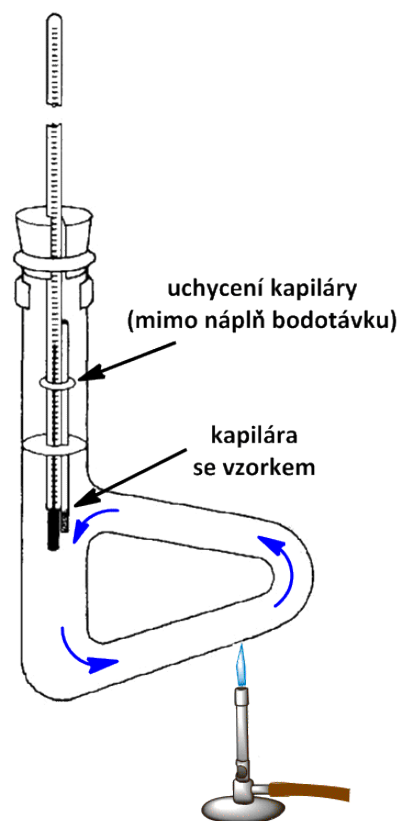
6.1 Stanovení bodu tání

Stanovení bodu tání patří při charakterizaci pevných látek mezi standardní laboratorní operace. Bod tání je teplota, při níž jsou pevná a kapalná fáze dané látky v rovnováze. Hodnota bodu tání je charakteristickou fyzikální vlastností krystalických látek a jeho stanovení často poskytne informaci o čistotě dané sloučeniny, neboť i malé množství přítomných nečistot může způsobit jeho výrazné snížení. Čisté látky zpravidla vykazují tzv. ostrý bod tání, což znamená, že tají v rozmezí 1–2 °C. Pokud je tento interval výrazně širší nebo je hodnota bodu tání výrazně nižší oproti hodnotě tabelované, zpravidla to svědčí o znečištění zkoumané látky.

Některé látky se při zahřívání ke svému bodu tání rozkládají, což se zpravidla projeví jejich ztmavnutím nebo vývinem plynu (vzorek zkoumané látky např. „vyběhne“ z testovací kapiláry). V takovém případě se hovoří o bodu tání za rozkladu nebo také o bodu rozkladu. Takový teplotní údaj však není ani zdaleka tak charakteristický jako bod tání, navíc silně závisí na podmínkách provádění experimentu (zejména na rychlosti a době zahřívání).

Na okamžik, který by se měl považovat za bod tání, se názory poněkud různí. Zatímco někteří autoři míní, že teplota bodu tání se má odečíst v momentě, kdy se v kapiláře objeví první kapalná fáze, jiní doporučují odečíst teplotu tehdy, až když tuhá fáze zcela vymizí. Z těchto důvodů se jeví nejvhodnější odečtení celého teplotního intervalu od doby, kdy se začíná krystalická struktura zkoumané látky hroutit, až do jejího úplného roztavení.

K vlastnímu stanovení hodnoty bodu tání mohou sloužit komerčně dodávané, elektricky vyhřívané bodotávky, kde lze sledovat chování zkoumané látky pod zvětšovacím sklem nebo tubusem mikroskopu. V případě, že v laboratoři není tento typ bodotávky k dispozici, lze ke stanovení využít bodotávku skleněného (viz obrázek).



Postup při stanovení bodu tání:

- Látka, jejíž bod tání se stanovuje, musí být bezpodmínečně suchá, neboť případná vlhkost by se v této látce projevila jako nečistota. Vzorek látky se rozetře a naplní se s ním skleněná kapilára tak, aby se vytvořil cca 2–3 mm sloupec. Vzorek je třeba v kapiláře sklepat tak, aby na jejím dně nezůstala vzduchová kapsa. Toho lze docílit opatrným poklepáváním kapilárou popř. jejím opakovaným spouštěním na tvrdou podložku skrz suchou skleněnou trubičku.
- Takto naplněná kapilára se upevní k teploměru pomocí tenkého drátku, gumičky nebo pryžového kroužku (odstřiženého z hadice) tak, aby vzorek byl umístěn ve výši rezervoáru rtuti a gumička mimo náplň bodotávku.
- Teploměr s kapilárou se vloží do bodotávku naplněného glycerolem (popř. jiným vhodným médiem, např. silikonovým olejem nebo kyselinou sírovou) tak, aby vzorek byl umístěn přibližně v polovině vzdálenosti mezi horním a spodním vyústěním postranního ramínka, které se poté začne pozvolna zahřívat pomocí kahanu s co možná nejmenší intenzitou plamene tak, aby přírůstek teploty byl přibližně 1–2 °C/min.
- V případě, že není známa ani přibližná hodnota bodu tání zkoumaného vzorku, je pro urychlení práce vhodné provést orientační stanovení. Při takovém stanovení se bodotávek zahřívá rychlostí přibližně 1 °C/s a zaznamená se teplota, při níž došlo k tání vzorku v kapiláře. Po vychladnutí se poté do bodotávku vloží nová kapilára se vzorkem, rychle se zahřeje na teplotu přibližně 20–30 °C nižší, než byl orientačně stanovený bod, a poté se zahřívání bodotávku zpomalí na 1–2 °C/min.

6.2 Stanovení bodu varu

Teplota varu kapaliny je teplota, při které se tlak nasycených par kapaliny rovná tlaku atmosférickému. Je ovšem třeba mít na paměti, že bod varu kapaliny závisí na okolním tlaku. Šíře teplotního intervalu je zároveň kritériem čistoty zkoumané látky, neboť látky analyticky čisté zpravidla destilují v teplotním intervalu 1–2 °C.

Nejsnáze se stanoví bod varu destilací, při které se určí teplotní interval, při kterém všechna zkoumaná látka predestiluje. Tento způsob stanovení však vyžaduje relativně velké množství látky (v případě destilační aparatury standardních rozměrů alespoň 5 ml, při použití mikrodestilační aparatury postačí zhruba 0,5 ml). Je-li k dispozici pouze nepatrné množství látky, lze bod varu stanovit v kapiláře pomocí bodotávku. Do skleněné kapiláry o vnitřním průměru cca 2 mm umístíme 2 kapky zkoumané kapaliny. Poté se připraví kapilárka menšího průměru přetavená asi 3 mm od jejího konce, která se otevřeným koncem vloží do zkoumané kapaliny. Obě kapiláry se upevní k teploměru a umístí

do bodotávku (podobně jako při stanovení bodu tání), jehož ramínko se začne pozvolna zahřívat. Během prvotní fáze se bude vzduch uzavřený v kapiláře ohřívat, zvětšovat svůj objem a unikat ve formě občasných bublinek. Při dosažení bodu varu dochází k tvorbě nepřetržitého řetězu bublinek a k „vystoupení“ kapaliny z kapiláry. V ten moment se odečte teplota, která se označuje jako bod varu.

6.3 Stanovení hustoty kapaliny

Hustota je fyzikální veličina definovaná jako podíl hmotnosti zkoumané látky a jejího objemu. Hustota kapalných sloučenin se nejčastěji vyjadřuje pomocí jednotek g/ml nebo g/cm³ (resp. g·ml⁻¹ a g·cm⁻³). Je třeba si uvědomit, že hustota dané látky se mění s okolní teplotou, proto je třeba u zjištěné hodnoty hustoty uvést teplotu, při které bylo stanovení provedeno.

Ke stanovení hustoty kapalin lze použít několik metod, nejčastěji se hustota stanovuje pomocí ponorných hustoměrů, Mohrových vah nebo pyknometru. Princip určení hustoty neznámé látky pomocí pyknometru je založen na zjištění rozdílu hmotností zkoumané kapaliny a kapaliny o známé hustotě (nejčastěji vody).



Postup stanovení hustoty pyknometrem:

- Na analytických vahách zvažte čistý, prázdný a zcela suchý (!) pyknometr přiměřeného objemu (nejčastěji 10 nebo 25 ml). Pokud byl pyknometr před měřením umístěn v sušárně, je nezbytné počkat, až vychladne na okolní teplotu (umístěte ho do exsikátoru). Hmotnost prázdného pyknometru (včetně zátky) označte m_1 .
- Naplňte pyknometr až po okraj zkoumanou kapalinou, potom do něj opatrně vložte zátku tak, aby byl zcela vyplněn také její kapilární otvor (zůstala-li v pyknometru bublinka vzduchu nebo kapilára v zátce není zcela naplněna, je třeba naplnění provést znovu). Pyknometr dokonale osušte a zvažte s maximální přesností na analytických vahách, zjištěnou hmotnost označte m_2 .
- Pyknometr se vzorkem vyprázdněte a důkladně propláchněte vodou. Poté ho vodou zcela naplňte (dle výše uvedeného postupu), dokonale osušte a zvažte (m_3).
- Hustotu vypočtete ze vztahu:

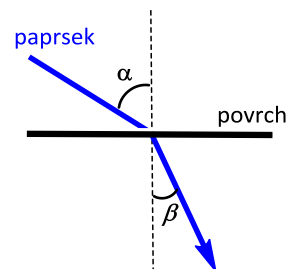
$$\rho = \frac{(m_2 - m_1) \cdot \rho_s}{(m_3 - m_1)}$$

(ρ_s – hustota vody při aktuální teplotě laboratoře, viz oddíl 9. Přílohy)

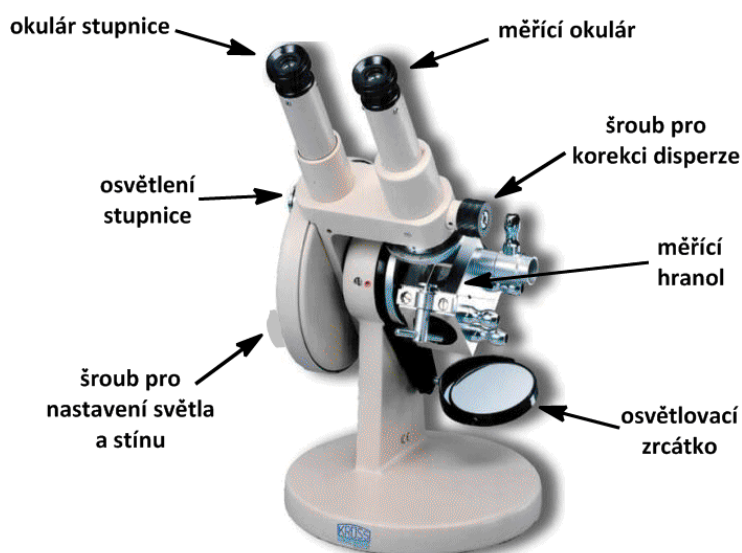
6.4 Stanovení indexu lomu

Rychlost šíření světelného paprsku určité vlnové délky závisí na optických vlastnostech prostředí, jímž záření prochází. Při přechodu paprsku z jednoho prostředí do jiného se tedy mění jeho rychlost z rychlosti c_1 na c_2 . Změna rychlosti je zároveň doprovázena odchylkou šíření paprsku od původního směru. Index lomu (n) je definován následujícím vztahem:

$$n_{1,2} = \frac{c_1}{c_2} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$



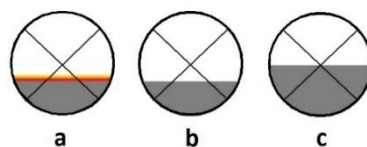
Hodnota indexu lomu závisí na vlnové délce použitého záření, jakož i na teplotě prostředí. Index lomu je jednou z charakteristických fyzikálních vlastností látek, což lze využít k jejich identifikaci popř. charakterizaci. Ke stanovení hodnoty indexu lomu se používá refraktometr. Jedním z nejběžnějších typů refraktometrů je tzv. Abbého refraktometr (obrázek 10).



Obrázek 10: Abbého refraktometr Krüss AR-2.

Postup měření refraktometrem:

- Na měřicí hranol naneste (pomocí kapátka či Pasteurovy pipety) zkoumanou kapalinu v takovém množství, aby byla plocha hranolu zcela pokryta vrstvičkou vzorku. Přiklopte pomocný hranol a zajistěte ho šroubem.
- Zapněte osvětlení, podívejte se do měřicího okuláru a kompenzátorem odstraňte disperzi (duha na rozhraní světla a stínu, a).



- Pomocí šroubu pro nastavení světla a stínu nastavte černobílé rozhraní přesně na střed nitkového kříže (c).
- Na stupnici odečtěte hodnotu indexu lomu na tři desetinná místa. Měření každého vzorku opakujte alespoň 3× a z naměřených hodnot vypočtěte aritmetický průměr.

6.5 Polarimetrická stanovení

Polarimetrie je analytická technika založená na schopnosti některých látek stáčet rovinu polarizovaného světla. Takové sloučeniny se nazývají opticky aktivní. K měření optické aktivity látek se používají polarimetry. Úhel stočení roviny polarizovaného světla α závisí nejen na charakteru měřené látky, ale také na vlnové délce použitého světla, na teplotě a na počtu opticky aktivních částic, se kterými se paprsek při průchodu měřicí trubicí setká – tedy též na koncentraci roztoku a délce trubice.

Pro porovnání optické aktivity různých látek byl zaveden pojem specifická otáčivost, což je u roztoků úhel, o který se stočí rovina polarizovaného světla při průchodu trubicí o délce 10 cm naplněné roztokem dané látky o koncentraci 1 g/ml. Platí, že:

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot c}$$

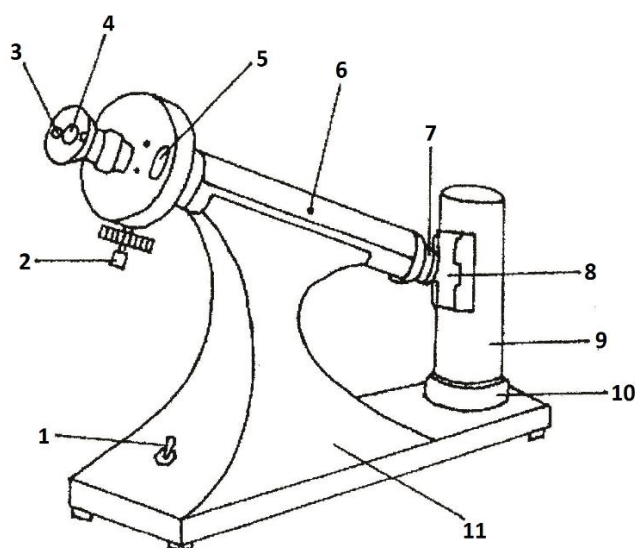
kde: t – teplota

λ – vlnová délka použitého světla (obvykle 589 nm)

α – úhel otočení ve stupních kruhových (zjištěný měřením)

l – délka trubice (v dm)

c – koncentrace roztoku (v g/100 ml)



1 – vypínač

2 – nastavovací kotouč

3 – odečítací lupa

4 – okulár

5 – stupnice a nonius

6 – prostor vzorku

7 – polarizátor

8 – skleněný filtr

9 – kryt lampy

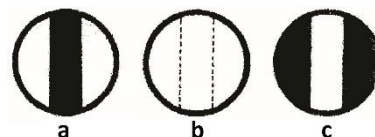
10 – objímka lampy

11 – plášť polarimetru

Obrázek 11: Polarimetr Krüss P1000.

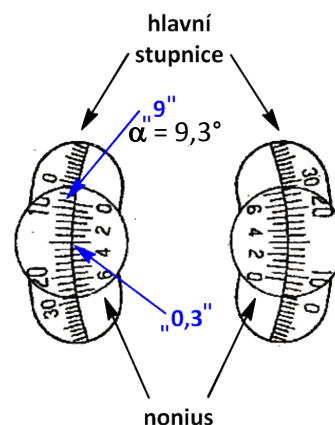
Postup měření polarimetrem:

- Polarimetr zapněte pomocí knoflíku **1** alespoň 5 minut před vlastním měřením, aby se stabilizoval světelný tok.
- Otevřete prostor **6** a vložte do něj polarimetrickou trubici naplněnou destilovanou vodou.
- Podívejte se skrz okulár **4** a zaostřete ho natočením tak, abyste zřetelně viděli optické pole. Otáčejte nastavovacím kotoučem **2**, až bude stupnice **5** ukazovat na obou stranách nulu. Optické pole musí být rovnoměrně žlutooranžově osvětleno.
- Do prostoru vzorku **6** vložte polarimetrickou trubici s měřenou kapalinou. Obě okénka trubice musejí být čistá a suchá. Dbejte, aby v trubici nebyly žádné bubliny. Měřicí prostor uzavřete.
- Skrz okulár **4** sledujte optické pole. V případě potřeby okulár doostřete. Otáčejte nastavovacím kotoučem **2**, dokud se optické pole neosvětlí zcela rovnoměrně (obr. b).
- Odečtěte údaj na obou stupnicích a vypočtěte jejich aritmetický průměr. Měření každého vzorku proveďte alespoň 3×.



Plnění polarizační trubice: Trubici před naplněním pečlivě vypláchněte měřeným roztokem. Velmi pečlivě očistěte zejména uzavírací sklíčka trubice. Trubici na jednom konci uzavřete a poté naplňte měřeným roztokem až po okraj za vytvoření menisku (trubici držte za kovový prstenec, přítomné bubliny nechte uniknout). Na horní okraj trubice poté ze strany nasuňte očištěné uzavírací sklíčko tak, aby se přitom vytlačila přebytečná kapalina, a trubici uzavřete. Dbejte, aby se sklíčko svrchu nesmočilo a nedostal se pod něj vzduch (drobné vzduchové bublinky lze zachytit při vodorovné poloze trubice v její prstencovité výduti).

Čtení na stupnici polarimetru: Nejmenší dílek hlavní (vnější) stupnice polarimetru je 1° . Počet celých stupňů odečteme z nejbližšího nižšího dílku proti nule na noniu (např. „9“). Poté se zjistí, která ryska na noniu (vnitřní stupnice) se právě kryje s ryskou na hlavní stupnici, čímž získáme počet desetin stupně (např. „0,3“), který se připočte k hodnotě celých stupňů.



6.6 Chromatografické metody

Díky pokroku chromatografických metod a lepší cenové dostupnosti přístrojů jsou již v mnoha laboratořích pro rutinní měření k dispozici plynové i kapalinové chromatografy. Nicméně pro organického chemika stále zůstávají jedněmi z nejdůležitějších chromatografických technik chromatografie na tenké vrstvě a chromatografie sloupcová (za normálního tlaku).

Chromatografie na tenké vrstvě (TLC). Mezi největší výhody TLC patří její jednoduchost a finanční nenáročnost. V laboratořích organické chemie se tato technika zpravidla využívá ke kontrole průběhu reakce, analýze frakcí při sloupcové chromatografii popř. k ověření čistoty produktu. Separace se nejčastěji provádí na komerčně dodávaných hliníkových (popř. plastových) destičkách, na nichž je nanesena stacionární fáze. Tou většinou bývá silikagel, ale lze zakoupit i destičky s celou řadou jiných fází (např. Al_2O_3 , C-18). V některých destičkách je již přítomen UV indikátor, který usnadňuje detekci přítomných látek. Kromě detekce UV zářením existuje celá řada metod založených na reaktivitě analyzovaných látek (např. reakce s ninhydrinem, s parami jodu, karbonizace pomocí silné anorganické kyseliny).

Postup provedení TLC analýzy:

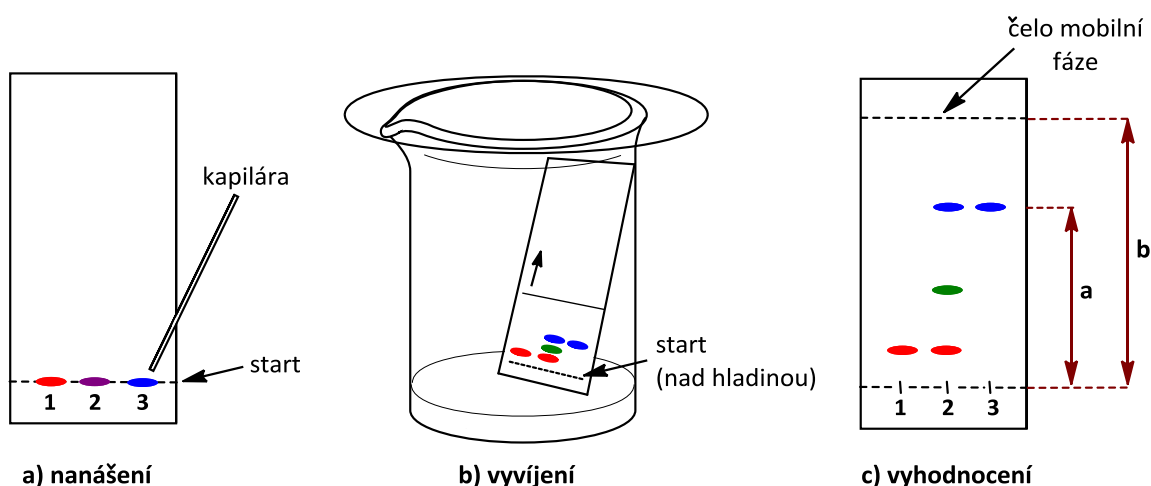
- Do kádinky vhodné velikosti nalijte mobilní fázi do výšky přibližně 1 cm, přikryjte ji hodinovým sklíčkem popř. Petriho miskou a ponechte ji uzavřenou, aby došlo k nasycení prostoru kádinky parami mobilní fáze.
- Připravte si TLC destičku vhodných rozměrů. Její šířku volte s ohledem na počet nanášených vzorků a velikost vyvíjecí lázně. Její délka by měla být úměrná komplexnosti děleného vzorku (čím více komponent, tím by měla být delší). Při manipulaci s destičkou se vyvarujte doteků stacionární fáze prsty!
- Na destičce pomocí pravítka a měkké tužky označte linii startu přibližně 1,5–2 cm od spodního okraje. Dbejte, abyste v sorbentu nezanechávali vryp. Vzdálenost od spodního okraje musí být bezpodmínečně větší, než je výška hladiny mobilní fáze ve vyvíjecí nádobě!
- Pomocí tenké kapiláry naneste jednotlivé vzorky na předem označené body na startovní linii. Vzorky nanášejte tak, aby kapalina tvořila na startu kroužky o průměru 1–2 mm popř. tenké elipsy. V případě příliš zředěného vzorku je vhodné jeho nanášení několikrát opakovat na stejné místo. Vždy je však nutno počkat, až se mezi jednotlivými aplikacemi odpaří rozpouštědlo, aby nedošlo k přílišnému rozptí vzorku. Kapiláru mezi nanášením různých vzorků vždy důkladně vypláchněte

rozpouštědlem. Zkoumaný vzorek se zpravidla nanáší doprostřed destičky, jednotlivé standardy (pokud jsou k dispozici) do sousedních pozic.

- Destičku pomocí pinzety opatrně vložte do připravené kádinky, kádinku opět překryjte sklíčkem nebo Petriho miskou a nechte mobilní fázi vzlínat nahoru. V průběhu vyvíjení s kádinkou nijak nemanipulujte! Vyvíjení ukončete, až čelo rozpouštědla dosáhne do vzdálenosti přibližně 1 cm od horního okraje destičky.
- Po ukončení vyvíjení destičku vyjměte z kádinky, tužkou označte, kam doputovalo čelo mobilní fáze, a nechte z ní v digestoři odpařit rozpouštědlo. K urychlení odpaření mobilní fáze je vhodné použít fén, pokud je k dispozici, aby nedocházelo k nežádoucímu rozmývání jednotlivých skvrn.
- Detekujte jednotlivé skvrny (vizuálně, UV lampou nebo chemickým činidlem dle návodu) a tužkou na destičce označte jejich pozici. Vypočtete hodnoty jejich retardačních faktorů R_F , které jsou definovány následujícím vztahem:

$$R_F = \frac{a}{b} \quad \text{kde: } a - \text{vzdálenost středu skvrny dané látky od startu (v mm)} \\ b - \text{vzdálenost čela rozpouštědla od startu (v mm)}$$

- Na ilustrativním příkladu na obrázku 12 je znázorněna TLC analýza vzorku (pozice 2) a dvou standardů (známých látek) nanesených v pozicích 1 a 3. Z provedené analýzy je patrné, že vzorek obsahuje oba standardy (červená a modrá látka) a navíc ještě látku zelenou.



Obrázek 12: Provedení TLC analýzy.

7. PŘÍPRAVA NA CVIČENÍ, PSANÍ LABORATORNÍCH DENÍKŮ A PROTOKOLŮ

Před vstupem do laboratoře a započítím vlastní experimentální práce je nezbytné, aby byl každý student dokonale informován o postupu práce, kterou bude řešit. Tato příprava v sobě zahrnuje nejen důkladné prostudování laboratorního předpisu, ale také příslušných teoretických principů, ze kterých práce vychází. Pouze student, který je dobře připraven, může plnohodnotně provádět vlastní experimenty. Nepřipravený student totiž pouze bezmyšlenkovitě „napodobuje pohyby ostatních“ a zároveň může pro svou nekvalifikovanost v chemické laboratoři být pro své okolí i významným bezpečnostním rizikem.

Laboratorní deník

O průběhu každého experimentu by se měl vést písemný záznam do laboratorního deníku, který by měl mít číslované listy v pevné vazbě (aby nemohlo docházet k dodatečnému vkládání listů apod.). Nikdy by se neměly používat volné listy, listy v kroužkové vazbě nebo trhací blok. Do deníku by se měly zapisovat všechny důležité údaje, mezi něž patří zejména: datum práce, její název, odkaz na literaturu/laboratorní návod, podle kterého pracujeme, vyčíslená rovnice, navážky, čistota a zdroj skutečně použitých chemikálií, doba reakce, změny pozorované v průběhu experimentu (změny barvy a teploty, vznik sraženin, únik plynů...), jakož i případné nehody, omyly či opomenutí. Deník by se měl vést tak, aby bylo možné daný experiment kdykoliv zopakovat, a to i jiným pracovníkem. Záznamy by se měly psát perem, nikoliv obyčejnou tužkou. V deníku by se nemělo nic vymazávat nebo přelepovat, případný chybně uvedený text by se měl přeškrtnout tak, aby původní údaj zůstal i nadále čitelný.

Protokol

V ideálním případě by se měl protokol o průběhu a výsledcích experimentu psát v průběhu vlastní práce a odevzdat před odchodem z laboratoře. To v základních cvičeních z organické chemie není z časových důvodů většinou možné. Proto se laboratorní protokol zpravidla vypracuje mimo laboratoř, a to v co možná nejkratší době po skončení experimentu, dokud jsou všechny detaily o jeho průběhu ještě v živé paměti.

Požadavky na vypracování protokolu se mohou individuálně lišit v závislosti na osobě vedoucího laboratorních cvičení, obecně by však měl každý protokol splňovat následující kritéria:

- Ačkoliv je většina experimentů zpravidla prováděna ve dvojicích, protokol vypracovává každý student samostatně (popis průběhu experimentu a z něho vyplývající závěry formuluje každý „svými slovy“).

-
- Každý experiment by měl být zaznamenán na samostatném listu, v případě použití více listů je třeba všechny listy navzájem spojit.
 - Protokol je vizitkou každého studenta. Dbejte tedy na jeho úpravu, přehlednost, ale také na jazykovou správnost (vyvarujte se použití slangových výrazů, dbejte na pravidlo o shodě přísudku s podmětem, respektujte vyjmenovaná slova, oddělujte čísla a jednotky mezerou apod.). Jelikož se jedná o záznam o provedené práci, vždy se protokol píše v čase minulém, a to buď v 1. osobě čísla jednotného/množného („...navázil jsem/navázili/-y jsme...“), nebo v trpném rodě („...bylo naváženo...“). Protokol popisuje experiment tak, jak byl proveden, se všemi případnými odchylkami od literárního postupu. Není přípustné pouze opsat laboratorní návod!
 - Protokol se zpravidla skládá z následujících částí:
 - a) **Hlavička:** měla by obsahovat jméno studenta, jméno spolupracujícího kolegy, studijní ročník/obor/číslo skupiny, datum konání experimentu.
 - b) **Název popř. číslo práce.**
 - c) **Princip práce:** uvést rovnici chemického děje (samostatně vypracovanou pomocí editoru vzorců) popř. stručné slovní vyjádření prováděného experimentu. Je třeba bezpodmínečně dbát na správné stechiometrické vyčíslení uvedené rovnice.
 - d) **Použité chemikálie a další pomůcky:** uvést názvy skutečně použitých chemikálií (včetně jejich čistoty), názvy použitých přístrojů (mimo běžných pomůcek).
 - e) **Postup:** stručný popis vlastního průběhu experimentu (včetně uvedení všech odchýlení od původního návodu, drobných nehod – např. vylití části vzorku, protržení filtračního papíru apod.). Často může být výstižné uvést nákres použité aparatury (lze vypracovat pomocí volně dostupných editorů, např. ChemSketch).
 - f) **Popis vlastního pozorování, získaná data, výpočty:** popsat získané produkty (skupenství, barva, vůně/zápach, bod varu jímané frakce apod.). Přehledně a s logickou návazností uvést vzorce použité k výpočtu, dosazované hodnoty (získané experimentálně), vlastní výsledek. Dbejte na správné uvádění všech jednotek, v rámci jednoho protokolu nekombinujte různý způsob vyjadřování jednotek typu „g/cm³ vers. g/ml popř. g/cm³ vers. g·cm⁻³“, neuvádějte vypočtené hodnoty s přílišnou „přesností“ (výtěžky se v organické chemii zpravidla zaokrouhlují na jednotky procent, hmotnost se uvádí s přesností desetin popř. setin gramu), v souborech čísel popř. při porovnávání hodnot uvádějte jednotlivá čísla vždy na stejný počet platných pozic. Teoretický výtěžek reakce se vypočte vzhledem k té látce, která je s ohledem na stechiometrii reakce použita v nejmenším látkovém množství.
-

-
- g) **Tabulky:** často může být účelné a přehlednější uvést získané/vypočtené hodnoty ve formě tabulky. V takovém případě je třeba dbát na výstižný popis tabulky, správné označení jednotlivých sloupců a důsledné uvádění jednotek.
- h) **Grafy:** výsledky některých experimentů je účelné vyjadřovat formou grafu. V takovém případě je nutné vhodně zvolit měřítko/velikost grafu a důsledně dbát na popis os (včetně jednotek).
- i) **Závěr:** v této části by měly být uvedeny logické závěry vyplývající z provedeného experimentu. V případě syntézy nějaké sloučeniny by v této části měla být jasně uvedena hmotnost získaného produktu následovaná uvedením reálného výtěžku (v %), skupenstvím/barvou produktu a porovnáním jeho fyzikálních vlastností (bod varu, bod tání, hustota, index lomu apod.) s tabelovanými hodnotami. Na základě míry shody těchto hodnot by měl poté být vyvozen závěr ohledně čistoty získaného produktu. V případě výrazně nižšího reálného výtěžku, než byl očekáván, se snažit vysvětlit, kde mohlo dojít k pochybení (např. nechtěným vylitím části reakční směsi, protržením filtračního papíru atp.).
- j) **Odpovědi na doplňující otázky, které jsou součástí úkolu.** Součástí některých prací je dodatečná práce s odbornou literaturou. V této části protokolu budou uvedeny odpovědi na doplňující otázky, které se týkají řešené problematiky a které zadává vyučující při praktických cvičeních. Odpovědi budou zpracovány v podobě krátkého přehledu získaného z libovolných literárních zdrojů (knihy, učebnice, časopisy, internet, dotaz u odborníků, vlastní zkušenost) a formulovány vlastními slovy. Informační zdroje budou uvedeny v závěru formou citace.

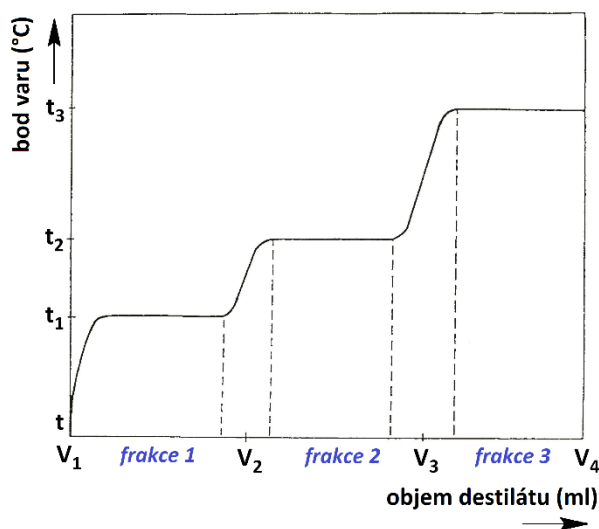
8. NÁVODY K LABORATORNÍM ÚLOHÁM

Destilace směsi kapalin, stanovení destilační křivky a určení identity složek

Princip:

Destilace je separační metoda, pomocí které lze dělit homogenní kapalnou směs sloučenin na základě jejich rozdílného bodu varu (viz str. 25). Destilační křivka je grafické vyjádření závislosti teploty varu destilované složky směsi na objemu destilátu. Umožňuje přibližné určení počtu složek ve směsi, jejich procentuálního zastoupení a teploty varu jednotlivých složek.

Identita chemicky čisté látky se dá určit pomocí stanovení jejích fyzikálních vlastností (např. teploty varu a indexu lomu).



Úkol:

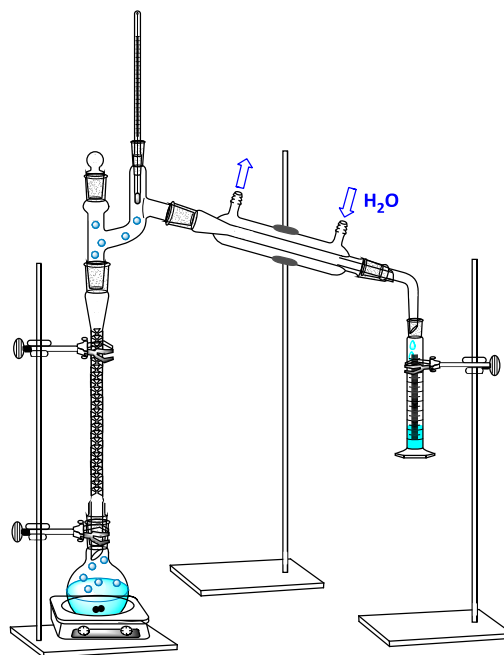
Proveďte destilaci předložené kapalně směsi látek. Shromážděte data potřebná pro sestavení destilační křivky. Určete identitu jednotlivých složek směsi pomocí stanovení jejích fyzikálních vlastností a jejich porovnáním s tabelovanými daty. Určete procentuální složení směsi.

Pomůcky a chemikálie:

Kapalná směs organických látek neznámého složení, topné hnízdo, varná baňka (250 ml), sestupný chladič, Vigreuxova kolona, alonž, odměrný válec (100 ml), teploměr, refraktometr, běžné vybavení laboratorního stolu.

Pracovní postup:

Sestavení aparatury. Sestavte aparaturu na destilaci podle obrázku. Do varné baňky (250 ml) odměřte odměrným válcem 100 ml zvolené kapalně směsi a přidejte 2–3 varné kamínky. Naplněnou varnou baňku vložte do topného hnízda a dokončete sestavení aparatury.



Provedení destilace. Pusťte mírným průtokem vodu do chladiče. Poté, co bylo sestavení aparatury schváleno pedagogickým dozorem, zapněte topné hnízdo na přibližně 25 % maximálního výkonu. Kapalnou směs zahřívejte k mírnému, pravidelnému varu. Zaznamenejte teplotu při zahájení destilace (0 ml destilátu) a potom na teploměru odečítejte hodnotu teploty kondenzujících par vždy při získání každého pátého mililitru destilátu.

Odběr destilátu pro identifikaci složky. Když se odečítaná teplota ustálí, odeberte pod alonží několik kapek destilátu na hodinové sklo. Tento vzorek použijte ke zjištění indexu lomu na refraktometru. Postup práce s refraktometrem je popsán v kapitole 6.4 (str. 37). Při měření se řiďte také dalšími pokyny vyučujícího.

Ukončení destilace. Při získání 75 ml destilátu vypněte topné hnízdo a vyčkejte konce destilace. Vyjměte teploměr. Získaný destilát vylejte do označených odpadních nádob. Vypněte chladicí vodu a aparaturu opatrně rozeberte. Doplněte tabulku naměřených hodnot teploty až do 100 ml teplotou posledního odečtu. Získáte tak data pro sestavení destilační křivky v rozmezí 0–100 ml.

Sestavení destilační křivky. Z naměřených dat sestavte destilační křivku jako x–y bodový graf s propojením jednotlivých bodů. Na grafu budou zřejmé úseky označující přibližnou teplotu varu (kdy se teplota nemění) a oblast, ve které došlo k oddělení jednotlivých složek (zde teplota varu skokově roste). Z těchto parametrů grafu určete přibližné hodnoty teploty varu přítomných složek a procentuální zastoupení jednotlivých složek v destilované směsi.

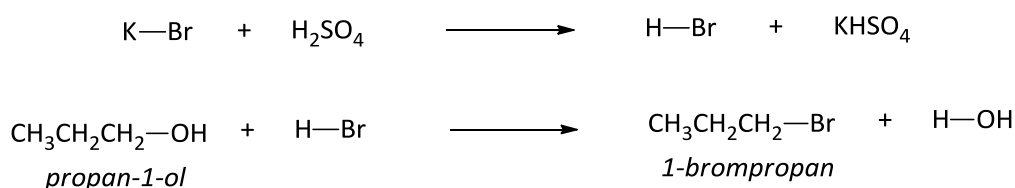
Doplňující otázky:

- Jak se destilace uplatňuje v potravinářském a chemickém průmyslu?
- Jak závisí bod varu látky na hodnotě okolního tlaku?
- Proč má voda (s ohledem na její nízkou hodnotu M_r) tak vysoký bod varu?

Příprava 1-bromopropanu (propylbromidu)

Princip:

Působením bromovodíku dochází k substituci hydroxylové skupiny alkoholů. Jedná se o příklad nukleofilní substituční reakce (v tomto případě S_N2). Bromovodík vzniká přímo v reakční směsi (*in situ*) reakcí bromidu draselného a silné anorganické kyseliny.



Úkol:

Proved'te syntézu 1-brompropanu. Charakterizujte získaný produkt stanovením jeho hustoty a indexu lomu. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce.

Pomůcky a chemikálie:

KBr (25 g), propan-1-ol (28 ml), koncentrovaná H_2SO_4 (25 ml), bezvodý CaCl_2 , Erlenmeyerovy baňky (2× 100 ml), destilační baňka (100 ml), sestupný chladič, alonž, topné hnízdo (100 ml), pyknometr (10 ml), refraktometr, běžné vybavení laboratorního stolu.

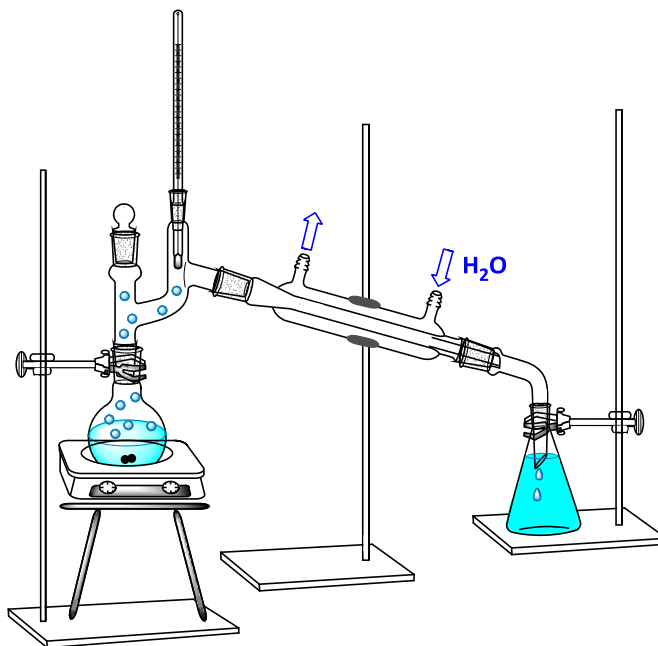
Bezpečnostní rizika:

Kyselina sírová je velmi silná anorganická kyselina, může způsobit závažné poleptání kůže i očí. Odměřujte tuto látku v digestoři a při manipulaci používejte příslušné ochranné pomůcky (brýle, rukavice). Získaný produkt i destilační zbytek likvidujte do připravených odpadních nádob.

Pracovní postup:

Sestavení aparatury a příprava reakce. Sestavte aparaturu sestávající z destilační baňky (100 ml), sestupného chladiče, alonže a Erlenmeyerovy baňky (100 ml) jako jímadla (viz obrázek).

V Erlenmeyerově baňce smíchejte propan-1-ol (28 ml) a koncentrovanou kyselinu sírovou (25 ml). Kyselinu přidávejte po malých dílech za míchání a ochlazování baňky tekoucí vodou. Poté k roztoku přidejte ještě 10 ml destilované vody. Do destilační baňky umístěte pomocí násypky bromid draselný (25 g), přilejte k němu připravenou směs, přidejte 2–3 varné kamínky a dokončete sestavení aparatury. Erlenmeyerovu baňku, která bude sloužit jako jímadlo, naplňte vodou pouze tak, aby alonž právě dosahovala pod hladinu.



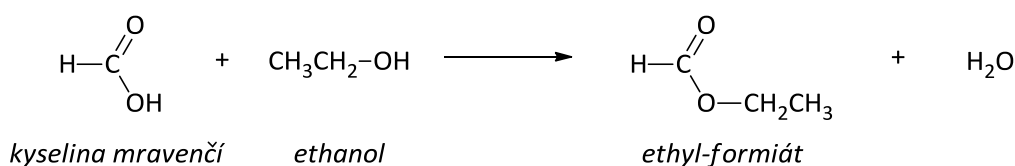
Provedení reakce. Pusťte mírným průtokem vodu do chladiče a uveďte reakční směs do varu (před zapnutím topného hnízda požádejte pedagogický dozor o kontrolu aparatury!). Zpočátku zahřívejte baňku pouze velmi mírně, poté intenzitu záhřevu zvyšte tak, aby reakční směs vřela. Vznikající 1-brompropan se bude hromadit na dně jímadla. V případě nasátí vody do alonže vyrovnejte podtlak v destilační baňce zavzdušněním alonže. Destilaci ukončete, jakmile již při zvolené teplotě nepřikapává další destilát.

Izolace a přečištění produktu. Získaný destilát oddělte v dělicí nálevce (předem zkontrolujte její těsnost!). Produkt (spodní vrstva) vysušte přidavkem malé lžičky bezvodého MgSO_4 (správně přesušený produkt je čirý) a zfiltrujte ho přes suchý skládaný filtr (viz str. 24) do předem zvážené vzorkovnice vhodného objemu. Produkt zvažte. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce. Charakterizujte čistotu produktu stanovením jeho indexu lomu a hustoty.

Příprava ethyl-formiátu (ethyl esteru kyseliny mravenčí)

Princip:

Jedná se o esterifikační reakci mezi karboxylovou kyselinou a alkoholem. Vzhledem k tomu, že kyselina mravenčí je dostatečně silnou kyselinou, není třeba přidávat anorganickou kyselinu k protonizaci karboxylové skupiny (jako v případě esterifikace jiných kyselin). Rovnováha reakce je neustále posunována ve směru tvorby produktů tím, že: a) vznikající ester je kontinuálně oddestilováván a b) vznikající voda je odnímána reakcí s bezvodým CaCl_2 .



Úkol:

Proved'te syntézu ethyl-formiátu. Izolujte produkt, vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce. Charakterizujte získaný produkt stanovením jeho fyzikálních parametrů (teplota varu, index lomu a hustota).

Pomůcky a chemikálie:

Kyselina mravenčí, ethanol, bezvodý CaCl_2 , NaHCO_3 , Vigreuxova kolona, sestupný chladič, teploměr, topné hnízdo, destilační baňka (250 ml), Erlenmeyerova baňka (100/250 ml), alonž, pyknometr (25 ml), refraktometr, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

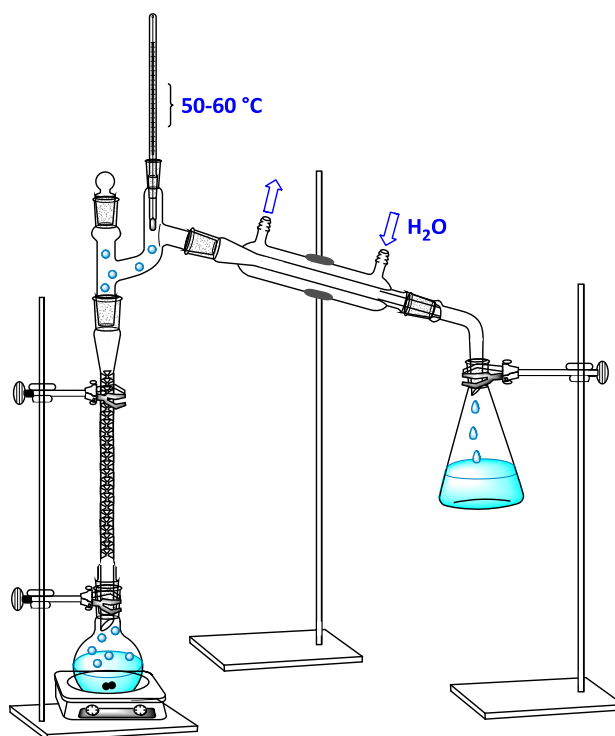
Kyselina mravenčí je velmi silná organická kyselina, může způsobit závažné poleptání kůže i očí, její páry mohou poškodit dýchací cesty. Odměřujte tuto látku v digestoři a používejte příslušné ochranné pomůcky (brýle, rukavice). Destilační zbytek můžete vylít do výlevky, získaný ester vylijte do připravené odpadní nádoby.

Pracovní postup:

Sestavení aparatury a příprava reakce. Sestavte destilační aparaturu sestávající z destilační baňky (250 ml), Vigreuxovy kolony, sestupného chladiče, teploměru a Erlenmeyerovy baňky (100 ml) jako jímadla (viz obrázek). Do destilační baňky umístěte pomocí násypky chlorid vápenatý (25 g), přilejte ethanol (41 ml) a po malých částech za občasného míchání kyselinu mravenčí (26 ml). Vhodte do destilační baňky 2–3 varné kamínky, umístěte ji do topného hnízda, připevněte ji pomocí svorky ke stojanu a nasadte na ni Vigreuxovu kolonu. Důkladně zkontrolujte těsnost celé aparatury.

Provedení reakce. Pust'te mírným průtokem vodu do chladiče a uveďte reakční směs do varu (před zapnutím topného hnízda požádejte pedagogický dozor o kontrolu aparatury!) a regulujte intenzitu záhřevu tak, aby teplota kondenzujících par nepřesáhla 60 °C. Destilaci ukončete, jakmile již při zvolené teplotě nepřikapává další destilát.

Izolace a přečištění produktu. K získanému destilátu přidejte malou lžičku NaHCO_3 (pro odstranění stop kyseliny mravenčí), suspenzi několikrát zamíchejte a poté ji zfiltrujte přes suchý skládaný filtr (viz str. 24) do předem zvážené vzorkovnice vhodného objemu. Produkt zvažte. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce. Charakterizujte čistotu produktu stanovením jeho indexu lomu a hustoty.



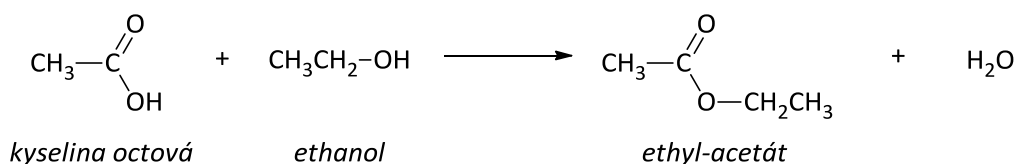
Doplňující otázky:

- Proč má vznikající ester výrazně nižší bod varu (b. v. 53 °C) než výchozí karboxylová kyselina (b. v. 101 °C)?
- Estery jakých kyselin a jakého alkoholu jsou v přírodě nejrozšířenější?

Příprava ethyl-acetátu (ethyl esteru kyseliny octové)

Princip:

Jedná se o esterifikační reakci mezi karboxylovou kyselinou a alkoholem. Rovnováha reakce je neustále posunována ve směru tvorby produktů tím, že: a) vznikající ester je kontinuálně oddestilován a b) vznikající voda je odnímána reakcí s bezvodým CaCl_2 .



Úkol:

Provedte syntézu ethyl-acetátu. Izolujte produkt, vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce.

Pomůcky a chemikálie:

Kyselina octová (30 ml), ethanol (43 ml), konc. H_2SO_4 (13 ml), bezvodý CaCl_2 , 50% vodný roztok CaCl_2 (30 ml), nasycený roztok Na_2CO_3 , sestupný chladič, přikapávací nálevka se zábrusem (100 ml), teploměr, destilační baňka (250 ml), Erlenmeyerova baňka (2× 100 ml), alonž, topné hnízdo, dělicí nálevka (250 ml), refraktometr, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

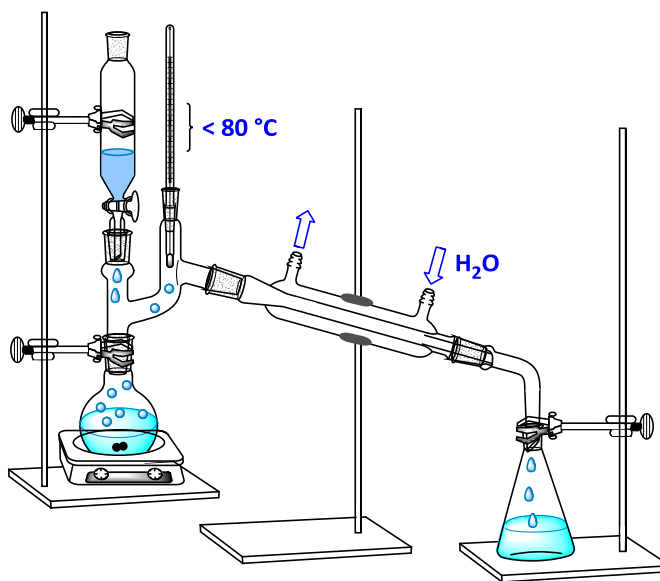
Kyselina octová je silná organická kyselina, může způsobit závažné poleptání kůže i očí, její páry mohou poškodit dýchací cesty. Odměřujte tuto látku v digestoři a používejte příslušné ochranné pomůcky (brýle, rukavice). Destilační zbytek můžete vylít do výlevky, získaný ester vylijte do připravené odpadní nádoby.

Pracovní postup:

Sestavení aparatury a příprava reakce. Sestavte destilační aparaturu sestávající z destilační baňky (100 ml) umístěné v topném hnízdě, sestupného chladiče s destilačním nástavcem, teploměru a Erlenmeyerovy baňky (100 ml) jako jímadla (viz obrázek). Chladič opatřete zábrusovou přikapávací nálevkou (předem zkontrolujte těsnost kohoutu pomocí ethanolu). V Erlenmeyerově baňce opatrně za neustálého míchání a chlazení smíchejte ethanol (13 ml) a koncentrovanou kyselinu sírovou (13 ml). Ochlazenou směs přelijte do destilační baňky (použijte nálevku), přidejte 2–3 varné kamínky, umístěte ji do topného hnízda, připevněte ji pomocí svorky ke stojanu a dokončete sestavení aparatury podle

obrázku. V kádince smíchejte ethanol (30 ml) s kyselinou octovou (30 ml) a tuto směs umístěte do přikapávací nálevky.

Provedení reakce. Pusťte mírným průtokem vodu do chladiče a uveďte reakční směs do mírného varu (před zapnutím topného hnízda požádejte pedagogický dozor o kontrolu aparatury!). Regulujte intenzitu záhřevu tak, aby teplota kondenzujících par nepřesáhla $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (b. v. ethyl-acetátu je $77\text{ }^{\circ}\text{C}$). Jakmile začnou páry v chladiči kondenzovat, začněte přikapávat směs ethanolu a kyseliny octové takovou rychlostí, aby byl obsah destilační baňky přibližně na stejném objemu. Destilaci ukončete, jakmile získáte přibližně 60 ml destilátu.



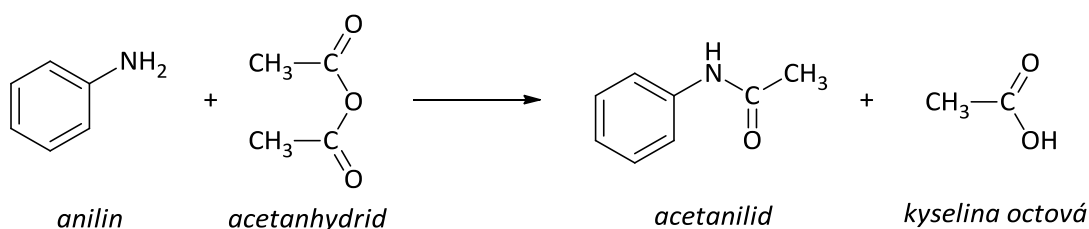
Izolace a přečištění produktu. Před započatím této fáze experimentu si znovu zopakujte hlavní zásady při práci s dělicí nálevkou (viz str. 31). Poté získaný destilát umístěte do dělicí nálevky (250 ml), u které jste pomocí ethanolu předem ověřili těsnost kohoutu. Po částech k němu přilejte 30 ml roztoku Na_2CO_3 a obsah nálevky důkladně protřepejte. Během této fáze, která slouží k odstranění přítomné kyseliny octové, se zpravidla uvolňuje velké množství CO_2 . Jakmile vývoj CO_2 ustane, vložte dělicí nálevku do kruhu, vyjměte zátku, odpusťte spodní (vodnou) vrstvu do kádinky a k horní (organické) fázi přidejte další podíl roztoku Na_2CO_3 a důkladně protřepte. Tento postup opakujte do doby, až bude spodní vrstva při odpouštění z dělicí nálevky zásaditá (pH kontrolujte pomocí univerzálního pH papírku, na který vždy naneste pomocí skleněné tyčinky malou kapku vodné vrstvy). Poté k esteru v dělicí nálevce přilijte 50% vodný roztok CaCl_2 (30 ml) a obě fáze důkladně protřepejte. Spodem odpusťte vodní vrstvu a ester odlijte horem do Erlenmeyerovy baňky (100 ml) a přesušte jej přidavkem lžičky bezvodého CaCl_2 . Suspenzi několikrát zamíchejte a poté ji zfiltrujte přes suchý skládaný filtr (viz str. 24) do předem zvážené vzorkovnice vhodného objemu. Produkt zvažte. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce. Charakterizujte čistotu produktu stanovením jeho indexu lomu.

Doplňující otázky:

- Ethyl-acetát patří mezi nejhojněji zastoupené estery ve víně. Popište, jakými procesy se tento ester a jeho prekursor (tedy ethanol a kyselina octová) během fermentace tvoří.

Příprava acetanilidu (*N*-fenylacetamidu)

Princip:



Úkol:

Provedte syntézu acetanilidu. Přečistěte ho rekrytalizací z vroucí vody a stanovte bod tání získaného produktu. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce.

Pomůcky a chemikálie:

Anilin (10 ml), acetanhydrid (13 ml), aktivní uhlí; Erlenmeyerovy baňky (1× 250 ml, 2× 500 ml), běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

Acetanhydrid je hořlavá a leptavá kapalina, anilin je toxický při vdechování a styku s pokožkou. Odměřujte tyto látky v digestoři a používejte příslušné ochranné pomůcky (brýle, rukavice). Anilin je vysoce toxický pro vodní organismy, proto zbytky po provedení experimentu likvidujte do označených odpadních nádob (ne do výlevky). Dbejte zvýšené opatrnosti při rekrytalizaci produktu z vroucí vody – hrozí opaření či popálení.

Pracovní postup:

Provedení reakce. V Erlenmeyerově baňce (250 ml) smíchejte 10 ml anilinu a 80 ml destilované vody. Po částech a za intenzivního míchání (protřepávání) přidejte 13 ml acetanhydridu a směs ještě chvíli protřepávejte. Reakční směs se zahřeje a vyloučí se krystalický acetanilid. Ponechte baňku stát bez pohybu 30 minut. Vyloučené krystaly odsajte na Büchnerově nálevce s použitím navlhčeného papírového filtru a zbytky matečného roztoku vymačkejte z filtračního koláče obrácenou skleněnou zátkou.

Rekrytalizace surového acetanilidu. Sestavte aparaturu pro rekrytalizaci z vody (viz str. 28). Do Erlenmeyerovy baňky (500 ml) nasypete surový acetanilid, přilijte do ní asi 300 ml vroucí vody a vzniklou suspenzi přiveďte za občasného míchání skleněnou tyčinkou k varu. Pokud se na dně baňky vytvoří hnědé olejovité skvrny roztaveného acetanilidu, přidávejte po malých dávkách a za míchání vroucí vodu až do vzniku čirého roztoku. Poté baňku odstavte ze sítky a postupně a pomalu přidejte za stálého míchání malou lžičku aktivního uhlí (při rychlém přidavku může obsah vzkypět!). Směs opět

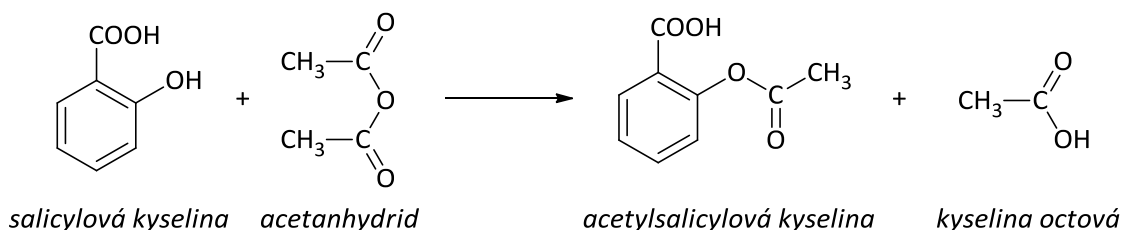
krátce povařte a přefiltrujte přes navlhčený skládaný filtr (viz str. 24), který byl umístěn ve vyhřáté nálevce, do Erlenmeyerovy baňky (500 ml), kterou jste předem vyhřáli varem malého množství vody.

Baňku s filtrátem nechte volně vychladnout. Vyloučené šupinkovité krystaly acetanilidu odsajte na Büchnerově nálevce s navlhčeným papírovým filtrem a poté promyjte malým množstvím studené destilované vody. Produkt vysušte na hodinovém skle a zvažte. Vypočítejte teoretický a skutečný výtěžek provedené reakce. Stanovte bod tání získaného produktu (viz str. 34).

Příprava acetylsalicylové kyseliny

Princip:

Hydroxylová skupina salicylové kyseliny se snadno esterifikuje pomocí anhydridu octové kyseliny (acetanhydridu). Reakce je katalyzována malým množstvím koncentrované kyseliny fosforečné. Získaná látka je podstatou běžných léčiv (Aspirin, Acylpyrin). Hlavní nečistotu produktu tvoří nezreagovaná salicylová kyselina. Tu je možno dokázat reakcí s FeCl_3 , se kterým tvoří fialový produkt. Acetylsalicylová kyselina barevnou reakci s FeCl_3 neposkytuje.



Úkol:

Proved'te syntézu acetylsalicylové kyseliny. Získaný produkt izolujte. Určete orientačně jeho čistotu. Spočítejte teoretický a praktický výtěžek reakce.

Pomůcky:

Salicylová kyselina, acetanhydrid, kyselina fosforečná, roztok FeCl_3 , varná baňka (100 ml), zpětný chladič, skleněný filtr (frita), sušárna, běžné vybavení laboratorního stolu.

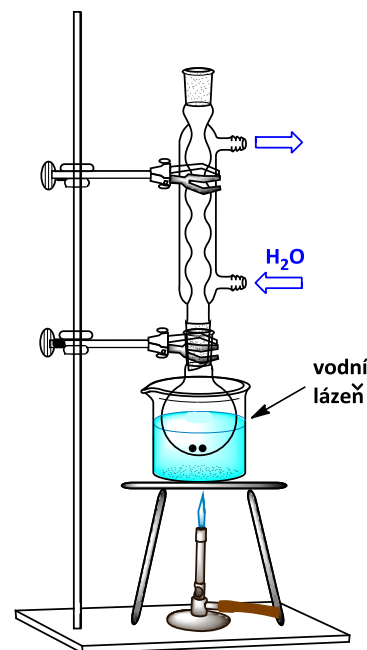
Bezpečnostní rizika:

Kyselina fosforečná a acetanhydrid jsou silné kyseliny, odměřujte tyto látky v digestoři a používejte příslušné ochranné pomůcky (brýle, rukavice).

Pracovní postup:

Sestavení aparatury. Sestavte aparaturu na syntézu salicylové kyseliny podle obrázku a podle pokynů vyučujícího. Zdroj tepla je zde improvizovaná vodní lázeň. Do varné baňky odvažte 2 g salicylové kyseliny, dávkovačem přidejte 5 ml acetanhydridu, Pasteurovou pipetou nakapejte 5 kapek koncentrované kyseliny fosforečné a přidejte 2–3 varné kamínky. Varnou baňku vložte do aparatury a dokončete její sestavení.

Provedení reakce. Pusťte mírným průtokem chladicí vodu. Vodní lázeň zahřívejte až k varu, obsah varné baňky občas promíchejte opatrným potřepáváním celé aparatury. Po rozpuštění tuhé fáze zahřívejte 15 minut. Po uplynutí předepsané doby varu vypněte kahan a opatrně odstavte vodní lázeň. Reakci ukončete vlitím 5 ml destilované vody chladičem do baňky. Poté přilejte ještě dalších 25 ml vody. Sejměte chladič, varnou baňku ponechte uchycenou v držáku.



Izolace produktu. Roztok ve varné baňce chladte zvnějšku tekoucí vodou a míchejte skleněnou tyčinkou, až dojde ke krystalizaci. Krystaly přefiltrujte přes zvážený skleněný filtr (fritu) a usušte v sušárně 15 minut při teplotě 100 °C.

Kontrola čistoty produktu. Pro reakci s roztokem FeCl_3 připravte tři zkumavky s 10 ml destilované vody a rozpustě v nich jednotlivě:

- 1) $\frac{1}{4}$ tablety Acylpyrinu
- 2) přibližně stejné množství salicylové kyseliny (výchozí látka)
- 3) přibližně stejné množství Vašeho produktu.

Do každé zkumavky prikapejte kapátkem 5 kapek roztoku FeCl_3 a vizuálně srovnějte intenzitu vzniklého zbarvení v jednotlivých zkumavkách.

Doplňující úlohy:

- Jaká je úloha kyseliny salicylové a látek příbuzných v rostlinách?
- Proč se provádí acetylace hydroxylové skupiny salicylové kyseliny?
- Pojmenujte salicylovou kyselinu systematickým názvem.

Chemické vlastnosti karbonylových sloučenin a sacharidů

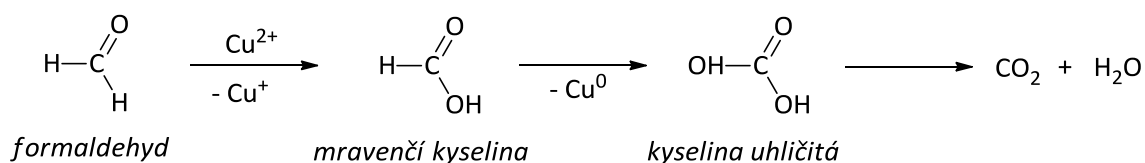
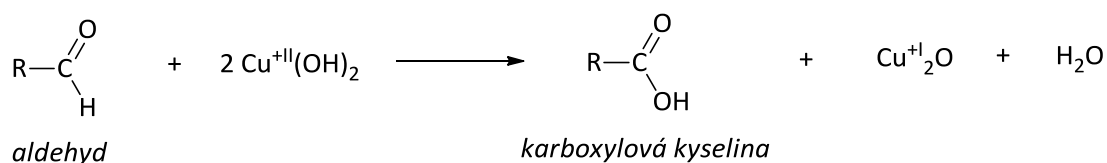
Princip:

Mezi karbonylové sloučeniny patří aldehydy a ketony. Aldehydy se snadno oxidují již slabými oxidačními činidly a poskytují příslušné karboxylové kyseliny. Mají tedy redukční účinky, neboť použité činidlo se při reakci redukuje. Naproti tomu ketony se oxidují teprve velmi silnými oxidačními činidly a při této reakci se jejich molekula rozpadá. Reakcí se slabým oxidačním činidlem lze využít při rozlišení aldehydů a ketonů. Tradičně se tato reakce využívá k rozdělení látek na redukující (reagující se slabým oxidačním činidlem) a neredukující (které se slabým oxidačním činidlem nereagují).

Nejčastěji se při rozlišení redukujících a neredukujících látek používá Fehlingovo nebo Tollensovo činidlo, u nichž je dobře pozorovatelný průběh oxidace.

Fehlingovo činidlo: měďnatá sůl v komplexu s kyselinou vinnou, při reakci s redukující látkou vzniká červená sraženina oxidu měďného Cu_2O , výjimečně až elementární měď Cu.

Tollensovo činidlo: stříbrná sůl v amoniakálním komplexu, při reakci s redukující látkou vzniká elementární stříbro Ag jako tzv. stříbrné zrcátko (povlak kovového Ag na reakční nádobě).



Úkol:

Otestujte předložené látky na redukční účinky. Popište probíhající děje reakčními schématy.

Pomůcky a chemikálie:

Roztoky formaldehydu, acetaldehydu a acetonu, činidla Fehling I a Fehling II, běžné vybavení laboratorního stolu.

Pracovní postup:

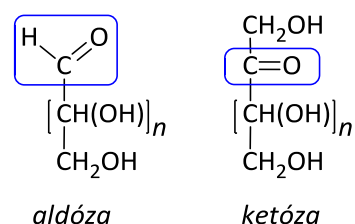
Připravte aktivní formu Fehlingova činidla smícháním 10 ml Fehlingova činidla I a 10 ml Fehlingova činidla II v kádince. Činidla odměřujte odměrným válcem.

Do sady označených zkumavek odměřte 2 ml aktivní formy Fehlingova činidla a 2 ml roztoků jednotlivých sacharidů (používanou pipetu popř. odměrný válec mezi přidavky jednotlivých látek vždy důkladně vypláchněte vodou). Zkumavky umístěte do vodní lázně (kádinka naplněná vodou přibližně z ⅓ umístěná na trojnožce se sítkou), zahřívejte je k varu až do barevné změny. Zaznamenejte barevnou změnu v jednotlivých zkumavkách.

Rozlišení redukujících a neredukujících sacharidů

Princip:

Sacharidy jsou organické sloučeniny, které obsahují skupinu karbonylovou ($-\text{CHO}$ nebo $-\text{C}=\text{O}$) a alespoň dvě skupiny hydroxylové ($-\text{OH}$). Molekulu může tvořit jedna sacharidová jednotka (monosacharidy), 2–10 jednotek (oligosacharidy) nebo mnoho jednotek (polysacharidy). Jednotlivé cukerné jednotky jsou navzájem vázány glykosidickou vazbou.



Sacharidy, které mají volnou aldehydovou skupinu (aldózy), vykazují redukční účinky, neboť se oxidují na příslušné aldonové kyseliny. Sacharidy s ketonovou skupinou (ketózy) za podmínek metody (silně alkalické prostředí) izomerují na příslušné aldózy, takže také vykazují redukční účinky. Chování oligosacharidů závisí na způsobu vazby monosacharidických jednotek navzájem. Pokud má oligosacharid volnou poloacetalovou hydroxylovou skupinu, je schopen reagovat s oxidačním činidlem, a má tedy redukční účinky. Redukční účinky nemají ani ty deriváty sacharidů, u nichž byla aldehydová funkční skupina změněna, nejčastěji redukcí na primární alkohol (tzv. alkoholické cukry) nebo oxidací na karboxylovou skupinu (tzv. aldonové kyseliny).

Podle výsledku reakce s oxidačním činidlem (používá se obvykle Fehlingovo činidlo) jsou oligosacharidy tradičně rozdělovány na sacharidy redukující a neredukující.

Úkol:

Podle reakce s Fehlingovým činidlem rozlište předložené sacharidy na redukující a neredukující. V odborné literatuře nalezněte vzorce příslušných sacharidů, pomocí znalosti struktury a informací získaných z této práce odůvodněte reaktivitu u následujících sacharidů: D-ribóza a celobióza.

Pomůcky a chemikálie:

Vodné roztoky různých mono- a disacharidů, Fehlingovo činidlo I a II, běžné vybavení laboratorního stolu.

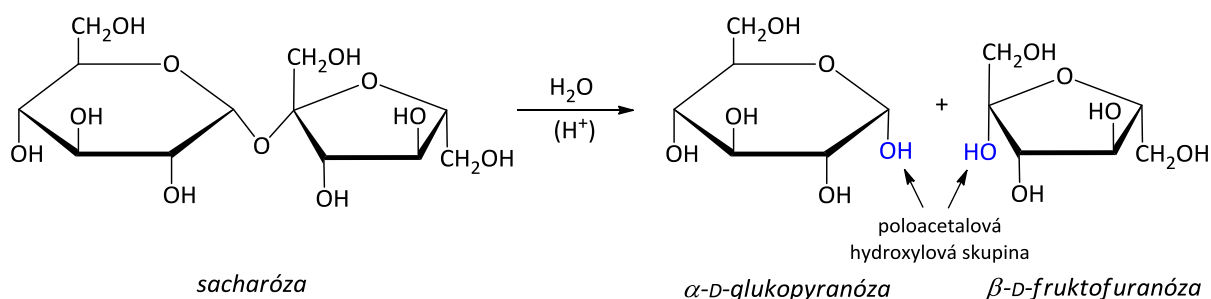
Pracovní postup:

Předložené mono- a disacharidy otestujte na redukční účinky stejným postupem, jaký byl popsán v práci o chování karbonylových sloučenin (str. 55).

Hydrolýza sacharózy

Princip:

Glykosidická vazba, kterou jsou navzájem spojeny jednotlivé monosacharidy v oligosacharidu, se může přerušit působením silné kyseliny (kyselá hydrolýza) nebo příslušným enzymem ze třídy hydroláz. Uvolňují se tak monosacharidy, ze kterých byl výchozí oligosacharid složen. Redukční účinky látky po hydrolýze se mění.



Úkol:

Proveďte kyselou hydrolýzu roztoku sacharózy. Otestujte redukční účinky vzniklých látek, srovnajte s vlastnostmi sacharózy a vysvětlete rozdíl.

Pomůcky a chemikálie:

Vodný roztok sacharózy, 5% roztok HCl, 5% roztok NaOH, Fehlingovo činidlo I a II, běžné vybavení laboratorního stolu.

Pracovní postup:

Do dvou zkumavek odměřte po 2 ml roztoku sacharózy. Do jedné z nich přidejte 1 ml 5% roztoku HCl. Obě zkumavky zahřívejte 5 minut ve vroucí vodní lázni. Poté obě zkumavky ochlaďte ve studené vodě. Do zkumavky, která obsahovala HCl, přidejte 1 ml 5% roztoku NaOH.

Do obou zkumavek přidejte odměrným válcem po 2 ml Fehlingova činidla I a II, obsah zkumavek promíchejte a zkumavky zahřívejte 5 minut ve vroucí vodní lázni. Zhodnoťte a vysvětlete průběh reakce.

Vázkové stanovení redukujících sacharidů v potravinářských vzorcích

Princip:

Redukující sacharidy přítomné ve vzorku reagují za podmínek metody s alkalickým roztokem měďnaté soli a vzniká oxid měďný Cu_2O . Jeho obsah je přímo úměrný obsahu redukujících sacharidů a z jeho množství se dá spočítat obsah redukujících sacharidů v původním vzorku.

V medu a invertním cukru jsou přítomny zejména monosacharidy glukóza a fruktóza v poměru přibližně 1:1. Mléko obsahuje redukující disacharid laktózu a pivo disacharid maltózu. Révové víno obsahuje hlavně glukózu.

Úkol:

Stanovte obsah redukujících sacharidů v předloženém potravinářském materiálu vázkovou metodou. Výsledek porovnejte s deklarovanou hodnotou.

Pomůcky a chemikálie:

Vzorky potravin obsahující redukující sacharidy, skleněný filtr – fritra S4, Fehlingovy roztoky I a II, další vybavení laboratorního stolu, pipety, sušárna, exsikátor, váhy.

Postup:

Příprava vzorků.

- a) Med.** Do 100 ml kádinky navažte 0,5 g medu s přesností na 2 desetinná místa. Navážku (n) si запиšte. Do kádinky přidejte 25 ml destilované vody a vzorek rozpustíte. Rozpouštění můžete usnadnit použitím ultrazvukové lázně. Roztok z kádinky předejte kvantitativně do 100ml odměrné baňky. Baňku doplňte po rysku a roztok promíchejte.
- b) Mléko.** Pipetujte 10 ml mléka skleněnou nedělenou pipetou do 100ml odměrné baňky a doplňte destilovanou vodou. Vzorek mléka je tedy naředěný 10×.
- c) Pivo.** Pipetujte 20 ml piva skleněnou nedělenou pipetou do 100ml odměrné baňky a doplňte destilovanou vodou. Vzorek piva je tedy naředěný 5×.
- d) Víno.** Vzorek révového vína se zpracovává bez dalších úprav.

Reakce redukujících sacharidů. Do Erlenmeyerovy baňky (250 ml) odměřte odměrným válcem po 30 ml Fehlingova roztoku I a II. Směs zahřívejte nad kahanem na síťce k varu a poté do ní přidejte skleněnou nedělenou pipetou takové množství vzorku, jaké je uvedeno v tabulce. Erlenmeyerovu baňku přikryjte malou nálevkou a vařte od bodu varu takovou dobu, která odpovídá druhu stanovovaného sacharidu. Poté přidejte do baňky 50 ml studené destilované vody.

Zvažte vysušenou fritu na analytických váhách s přesností na tři desetinná místa a hmotnost si запиšte (m_1).

Obsah Erlenmeyerovy baňky převedte kvantitativně (!) přes skleněnou fritu za odsávání na odsávací baňce a dobře vypláchněte veškerou sraženinu destilovanou vodou. Vyloučený Cu₂O na fritě promyjte malým množstvím ethanolu. Fritu nechte sušit v sušárně při 105 °C 15 minut. Po vysušení nechte fritu zchladnout v exsikátoru a poté ji zvažte na analytických vahách (m_2).

Výpočet. Obsah redukujících sacharidů (g/100 ml) vypočtete podle vzorce:

$$x = \frac{(m_2 - m_1) \cdot k \cdot 100}{V}$$

m_1 hmotnost prázdné frity (g)

m_2 hmotnost vysušené frity s Cu₂O (g)

k přepočítávací faktor

V objem pipetovaného vzorku sacharidu (ml).

U ředěných vzorků (mléko, pivo) přepočítejte obsah sacharidů s ohledem na použité ředění vzorku. Obsah redukujících sacharidů v medu vyjádřete v % navážky:

$$\% = \frac{x \cdot 100}{n}$$

n navážka medu použitá pro přípravu roztoku (g)

Parametry metody pro jednotlivé druhy vzorků:

analyzovaná potravina	druh sacharidu	množství vzorku (ml)	doba varu (min)	přepočítávací faktor (k)
víno	glukóza	25	2	0,5
med	invert	50	2	0,5
pivo	maltóza	25	4	0,8
mléko	laktóza	50	6	0,65

Důkaz přítomnosti bílkovin

Princip:

Bílkoviny (proteiny) jsou přírodní polymery složené z aminokyselin mezi sebou vázaných peptidovou vazbou. Pro důkaz jejich přítomnosti se využívá barevných reakcí, které jsou založeny na vybraných společných vlastnostech, které bílkoviny mají (přítomnost peptidové vazby, přítomnost typických aminokyselin).

Úkol:

Dokažte přítomnost bílkovin v předložených vzorcích. Za pomoci odborné literatury vysvětlete, proč v přítomnosti bílkovin probíhají s použitými činidly popsané barevné změny.

Pomůcky a chemikálie:

HNO₃ (koncentrovaná), biuretové činidlo, vzorky bílkovin.

Pracovní postup:

Xanthoproteinová reakce. Ke 2 ml vzorku bílkoviny ve zkumavce přidejte malou pipetou několik kapek koncentrované HNO₃, obsah mírně protřepejte a opatrně zahřívejte přímo nad mírným plamenem kahanu. V přítomnosti bílkovin se objeví žluté zbarvení vzniklé sraženiny.

Biuretová reakce. Ke 2 ml vzorku bílkoviny ve zkumavce přidejte 2 ml biuretového činidla a směs opatrně protřepejte. Pokud vzorek obsahuje bílkoviny, objeví se fialové zbarvení směsi.

Srážecí reakce bílkovin

Princip:

Bílkoviny (proteiny) jsou přírodní makromolekuly složené z aminokyselin spojených mezi sebou peptidovou vazbou. Vzhledem k velikosti jejich molekul ($M_r = 10^3 - 10^6$ Da) vytvářejí bílkoviny ve vodě nepravé, tzv. koloidní roztoky. Oproti pravým roztokům malých molekul mají koloidní roztoky mnoho odlišných vlastností (rozptyl světla, možnost zobrazení částic v elektronovém mikroskopu aj.). Nejdůležitějším odlišným chováním koloidních roztoků je změna konzistence roztoku v přítomnosti některých specifických činidel nebo vlivem změn fyzikálních podmínek (teplo, změna rozpouštědla) a nazývá se denaturace. Tekutý koloidní roztok (sol) přechází při denaturaci na rosolovitý materiál až sraženinu (gel), což je důsledek změny prostorového uspořádání makromolekuly vlivem působícího činidla nebo fyzikálního vlivu. Denaturace může být vratná (reverzibilní), kdy se gel může opět převést na sol např. zředěním rozpouštědlem. Při nevratné (ireverzibilní) denaturaci jsou změny prostorové struktury natolik závažné, že k opětovné změně gelu na sol (roztok) už nemůže dojít.

Úkol:

Otestujte vzorky dvou bílkovin vůči vybraným srážecím činidlům.

Pomůcky a chemikálie:

Sada zkumavek, vzorek bílkoviny vaječného bílku a mléčné bílkoviny, 10% roztok octanu olovnatého, nasycený roztok (NH₄)₂SO₄, 20% octová kyselina, ethanol, roztok taninu.

Pracovní postup:

Do sady obyčejných zkumavek odměřte 1–2 ml roztoku bílkoviny vaječného bílku. Do jednotlivých zkumavek přidejte:

- a) 2 ml roztoku octanu olovnatého
- b) 2 ml roztoku $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
- c) 2 ml ethanolu
- d) 5 kapek 20% roztoku octové kyseliny, roztok promíchejte a poté bez míchání přidejte 2 ml ethanolu
- e) 1 ml roztoku taninu
- f) roztok bílkoviny zahřejte nad kahanem k varu

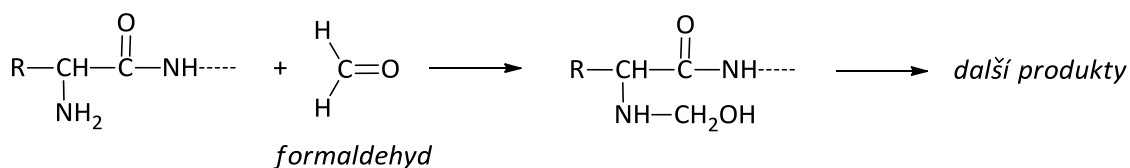
Po přidavku srážecího činidla pozorujte roztok ve zkumavce, sledujte vývoj sraženiny. Do tabulky запиšte výsledek pokusu a vyjádřete intenzitu vzniklé sraženiny (stupnice 0, 1, 2, 3). Rozhodněte, které činidlo působí nevratnou denaturací. Stejný soubor pokusů proveďte i u mléčné bílkoviny. Srovnajte výsledky u obou vzorků.

Titrační stanovení obsahu celkových bílkovin v mléce

Princip:

Bílkoviny obsahují mimo aminoskupiny vázané v peptidových vazbách ještě volné aminoskupiny, jejichž množství je pro daný typ bílkoviny stálé. Tyto aminoskupiny reagují za podmínek metody kvantitativně s formaldehydem (tzv. formolová reakce) a uvolňují vodíkový kation H^+ . Takto upravený vzorek je možno titrovat odměrným roztokem alkalického hydroxidu a ze spotřeby spočítat obsah bílkovin ve vzorku. Před vlastním provedením formolové reakce se vzorek titruje stejným odměrným roztokem hydroxidu, aby se zneutralizovaly přítomné karboxylové kyseliny (mléčná, citronová aj.). Tato titrace se může využít na určení kyselosti vzorku.

Odměrným roztokem NaOH se při první titraci stanoví obsah veškerých přítomných kyselin (mléčná, citronová aj.). Po provedení formolové reakce se druhou titrací stanoví obsah celkových bílkovin ve vzorku.



Úkol:

Stanovte titrační kyselost předloženého vzorku mléka a u téhož vzorku obsah celkových bílkovin.

Pomůcky a chemikálie:

Odměrný roztok NaOH se stanovenou přesnou koncentrací, 30% vodný roztok formaldehydu (zneutralizovaný), fenolftalein, byreta automatická nebo obyčejná, vybavení laboratorního stolu.

Pracovní postup:

1) První titrace

Do titrační baňky napipetujte nedělenou skleněnou pipetou 50 ml předloženého vzorku. Přidejte 5 kapek roztoku fenolftaleinu a pomalu titrujte za stálého míchání odměrným roztokem do růžového zbarvení. Změnu barvy hodnotte proti bílému pozadí pod titrační baňkou. Stanovení opakujte dvakrát. Spotřebu (s_1) odměrného roztoku NaOH při titraci si zaznamenejte. Roztok nevylévejte, použijte ho k dalšímu stanovení.

2) Formolová reakce a druhá titrace

Do vytitrovaného vzorku z předchozí práce přidejte 5 ml roztoku formaldehydu (dávkovačem nebo odměrným válcem). Roztok promíchejte a ponechejte 2 minuty stát. Poté titrujte původním odměrným roztokem opět do růžového zbarvení. Novou spotřebu odměrného roztoku si zaznamenejte (s_2).

Celé stanovení (tj. obě navazující titrace) proveďte dvakrát. Vypočtenou kyselost a obsah bílkovin vyjádřete jako průměr obou stanovení.

Výpočet:

Kyselost vzorku (stupně kyselosti):

$$kyselost = \frac{s_1 \cdot x \cdot 400}{V}$$

s_1	spotřeba odměrného roztoku NaOH při 1. titraci (ml)
x	přesná koncentrace odměrného roztoku NaOH (mol/l)
V	objem titrovaného vzorku (ml)

Obsah bílkovin (g/100 ml vzorku):

$$\text{obsah bílkovin} = \frac{s_2 \cdot x \cdot 0,0758 \cdot 6,38 \cdot 400}{V}$$

- s_2 spotřeba odměrného roztoku NaOH při 2. titraci (ml)
 x přesná koncentrace odměrného roztoku NaOH (mol/l)
 V objem titrovaného vzorku (ml)

Pozn.: čísla použitá ve vzorcích představují přepočítávací koeficienty, vztahující se k průměrné hustotě mléka a k průměrnému obsahu mléčné bílkoviny v mléce.

Stanovení obsahu nepochárných extrahovatelných látek přímou extrakcí

Princip práce:

Nepochární extrahovatelné látky představují takovou složku materiálu, která je rozpustná v daném nepochárním rozpouštědle. Zahrnují obvykle pestrú skupinu sloučenin různé struktury a stavby. Jejich společná vlastnost je rozpustnost v nepochárních rozpouštědlech – jsou nepochární. Hlavní skupinou nepochárních sloučenin jsou lipidy (acylglyceroly a vosky). V potravinách nebo biologickém materiálu je obvykle doprovázejí nepochární barviva, v tucích rozpustné vitaminy, steroly, uhlovodíky. Tyto látky se souhrnně nazývají doprovodné látky lipidů a tvoří tzv. nezmýdelnitelný podíl nepochární frakce. Rozpustnosti v nepochárních rozpouštědlech se dá využít při extrakčním stanovení souhrnu těchto látek.

Úkol:

Provedte extrakci nepochárních látek ze zvoleného potravinářského materiálu pomocí petroletheru a stanovte jejich množství vážkově.

Pomůcky a chemikálie:

Olejnátý biologický a potravinářský materiál, Soxhletův extraktor (obr. 33), sestupný chladič, 2 varné baňky (250 ml), petrolether, další vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

Během stanovení se používají vysoce hořlavá nepolární rozpouštědla, je nutno používat správně sestavené zábrusové aparatury a extrakci provádět v digestoři. Není dovoleno používat otevřený oheň. Veškeré části aparatur, vzorky a chemikálie musí být suché.

Pracovní postup:

Příprava vzorku. Zvolený vzorek rozetřete ve třecí misce. Z homogenního materiálu odvažte do papírové extrakční patrony 10 g s přesností na 0,001 g (n). Patronu utěsněte smotkem vaty. Zvažte na analytických vahách varnou baňku (250 ml) s několika suchými varnými kamínky (m_1). Do zvážené baňky odměřte 160 ml petroletheru.

Extrakce vzorku. Naplněnou extrakční patronu vložte do střední části Soxhletova extraktoru, do vodní lázně baňku s petroletherem a extraktor sestavte (viz str. 33). Vzorek ponechte extrahovat 30 minut. Poté z extraktoru opatrně vyjměte baňku a dobře ji osušte. Z patrony vysypte zbytek vzorku a patronu ponechte zcela vyschnout v digestoři.

Destilace rozpouštědla a ukončení práce. Připravte aparaturu pro destilaci se sestupným chladičem, topným hnízdem a zábrusovou baňkou jako předlohou. Osušenou varnou baňku vložte do hnízda, sestavte aparaturu a destilujte při přibližně 25% výkonu topného hnízda tak dlouho, až se vydestiluje veškeré rozpouštědlo. Destilaci kontrolujte podle teploty varu rozpouštědla.

Varnou baňku s destilačním zbytkem ponechte vychladnout v exsikátoru. Poté ji zvažte na analytických vahách (m_2). Obsah nepolárních extrahovatelných látek vyjádřete v hmotnostních % dle následujícího vzorce:

$$\text{obsah nepolárních extrahovatelných látek (\%)} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{n}$$

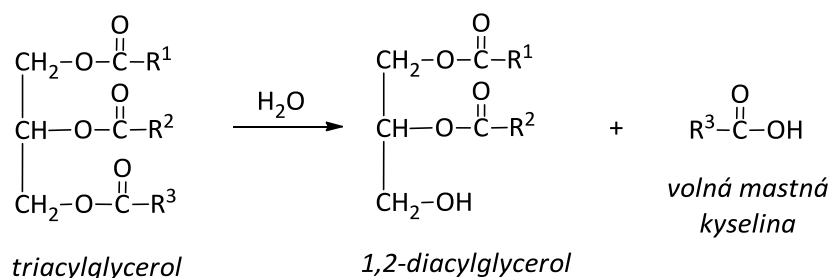
Doplňující úlohy:

- Co je to petrolether? Proč se na originální lahvi neudává přesné složení a co znamená uvedené destilační rozmezí?
- Tato metoda se používá při stanovení ropného znečištění životního prostředí. Byl by v tomto případě vhodným rozpouštědlem ethanol?

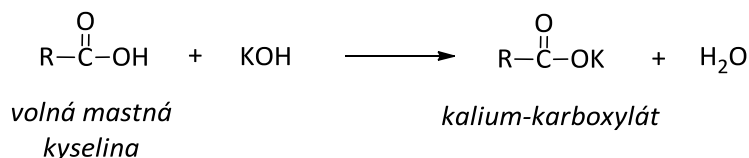
Stanovení čísla kyselosti potravinářského tuku

Princip:

Lipidy jsou estery vyšších mastných kyselin a trojsytného alkoholu glycerolu. Volné mastné kyseliny se v čerstvých a dobře ošetřených tucích vyskytují jen velmi málo. Mohou se uvolnit z esterových vazeb lipidu při hydrolýze působením příslušných hydrolytických enzymů (lipáz) nebo vznikají jako produkty oxidace nenasycených mastných kyselin v procesu žluknutí tuku. Zvýšený obsah volných mastných kyselin svědčí o zhoršení kvality materiálu.



Obsah volných mastných kyselin se vyjadřuje jako číslo kyselosti. Číslo kyselosti udává počet mg KOH, který je potřebný na neutralizaci volných mastných kyselin v 1 g tuku. Stanovuje se titrací odměrným roztokem KOH na fenolftalein. Vzhledem k nepolárnosti tuků se jako rozpouštědlo používá směs ethanolu a toluenu.



Úkol:

Stanovte číslo kyselosti předloženého vzorku tuku.

Pomůcky a chemikálie:

Směs toluen/ethanol (2/1, obj.), odměrný 0,1M roztok KOH v ethanolu (se stanovenou přesnou koncentrací – x), automatická byreta, titrační baňka, vzorky tuků, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

Pro rozpouštění vzorků za tepla se používá jen elektricky vytápěná vodní lázeň. Titrace se provádí v digestoři. Vytitrované vzorky a zbytky rozpouštědla se likvidují pouze do nádob k tomu určených.

Pracovní postup:

Příprava vzorku. Navažte 3–4 g potravinářského tuku na malý útržek filtračního papíru. Važte s přesností na 0,1 g a navážku (m) si zaznamenejte do laboratorního deníku. Takto připravený vzorek vhodte celý včetně papíru do titrační baňky a použijte ke stanovení. Papír stanovení neruší, není třeba ho před titrací vyjímát. Do titrační baňky přidejte odměrným válcem 50 ml připravené směsi rozpouštědel a roztok zahřejte na vodní lázni, až se tuk rozpustí.

Titrace vzorku. Ke vzorku přidejte 5 kapek fenolftaleinu a okamžitě ho titrujte za stálého míchání proti bílému pozadí odměrným roztokem KOH do stálého světle růžového („lososového“) zbarvení. Spotřebu (V_1) si zaznamenejte.

Titrace slepého vzorku. 50 ml směsi rozpouštědel titrujte odměrným roztokem stejné koncentrace (x) s indikátorem fenolftaleinem. Roztok není třeba zahřívat. Spotřeba (V_2) bude korigovat spotřebu titračního činidla na vzorek při výpočtu.

Číslo kyselosti (mg KOH/g tuku):

$$\text{číslo kyselosti} = \frac{56,1 \cdot (V_1 - V_2) \cdot x}{m}$$

V_1 spotřeba titračního činidla při titraci vzorku (ml)

V_2 spotřeba titračního činidla při titraci slepého vzorku (ml)

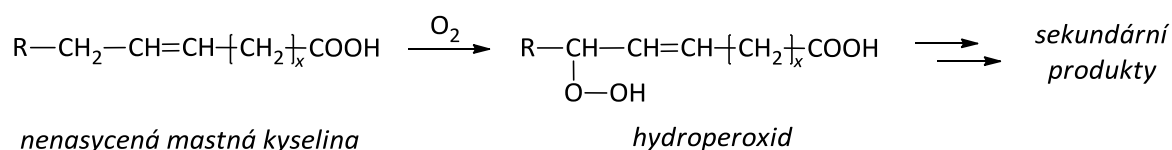
x přesná koncentrace odměrného roztoku KOH (mol/l)

m navážka vzorku tuku (g)

Stanovení peroxidového čísla tuku

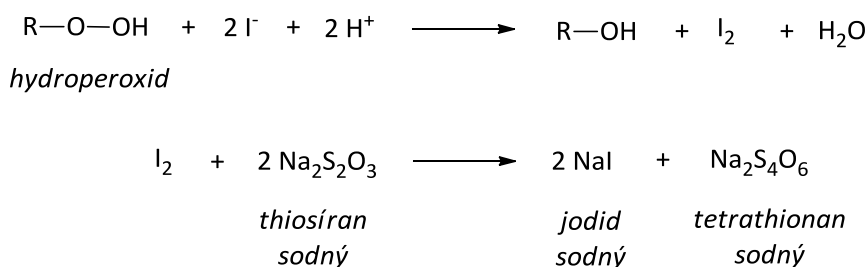
Princip:

Nenasycené mastné kyseliny přítomné v mnohých lipidech podléhají radikálové oxidaci kyslíkem za tvorby hydroperoxidů. Vzniklé hydroperoxidy se mohou snadno rozkládat za tvorby různých sekundárních oxidačních produktů, zejména alkoholů, karbonylových sloučenin, etherů popř. karboxylových kyselin. Tento proces se označuje jako oxidační žluknutí (autooxidace), je iniciován zejména UV složkou slunečního záření, přítomností kyslíku ze vzduchu popř. kationty některých kovů (např. Fe^{2+} , Cu^{2+}). Reakci výrazně urychluje zvýšená teplota.



Oxidační produkty vzniklé při autooxidaci tuků jsou v potravinářských materiálech nežádoucí (ze senzorického i nutričního hlediska) a jejich přítomnost svědčí o nízké kvalitě tuku. K autooxidaci dochází zejména při skladování tuku za nevhodných podmínek.

Obsah oxidačně změněných nenasycených mastných kyselin v tuku charakterizuje peroxidové číslo. Při stanovení peroxidů se využívá jejich schopnost oxidovat KI na volný jod I_2 . Uvolněný jod se stanoví titračně pomocí odměrného roztoku thiosíranu sodného $Na_2S_2O_3$. Jako indikátor se používá roztok škrobu, který poskytuje s jodem modrofialové zbarvení.



Úkol:

Stanovte peroxidové číslo předloženého potravinářského tuku.

Pomůcky a chemikálie:

Směs kyselina octová/chloroform (3/2, obj.), odměrný roztok $Na_2S_2O_3$ 0,02 mol/l nebo 0,002 mol/l se stanovenou přesnou koncentrací (x), pevný KI pro přípravu roztoku, automatická byreta, dvě suché Erlenmeyerovy baňky, vzorky potravinářských tuků, další vybavení laboratorního stolu.

Pracovní postup:

Příprava vzorku. Navažte 5 g vzorku čerstvého tuku nebo 3 g vzorku žluklého tuku diferenčně na skleněné navažovací lodičce s přesností na 0,02 g a navážku (*m*) si zaznamenejte. Vzorek převedte do Erlenmeyerovy baňky pomocí skleněné tyčinky nebo špejle a rozpustěte v 50 ml rozpouštědla. K rychlejšímu rozpuštění je možno baňku zahřát ve vodní lázni. Pro přípravu roztoku KI navažte na předvážkách 15 g tuhého KI a rozpustěte ho v 10 ml destilované vody. 1 ml čerstvě připraveného roztoku KI přidejte odměrným válcem do Erlenmeyerovy baňky ke vzorku, promíchejte, zazátkujte a směs ponechte 10 minut v laboratorním stole bez přístupu světla.

Jako slepý pokus připravte do stejně velké Erlenmeyerovy baňky 50 ml rozpouštědla, přidejte 1 ml roztoku KI a stejně jako vzorek ponechte baňku stát 10 minut ve tmě.

Titrace. Pro titraci vzorku obsahujícího čerstvý tuk se používá roztok $Na_2S_2O_3$ o koncentraci 0,002 mol/l, pro žluklé tuky roztok $Na_2S_2O_3$ o koncentraci 0,02 mol/l.

Po 10 minutách přidejte do obou baněk po 100 ml destilované vody odměrným válcem a 1 ml roztoku škrobu. V baňce se objeví dvě vrstvy, z nichž horní bude fialově zbarvena vyloučeným jódem. Titrujte příslušným titračním činidlem podle kvality tuku za stálého míchání nad bílým pozadím do odbarvení horní vrstvy. Zaznamenejte spotřeby titračního činidla na vzorek (V_1) a na slepý pokus (V_2). Pokud vzorek žádné peroxidy neobsahuje, po přidání škrobu se nezbarví a spotřeba V_1 bude nulová.

Peroxidové číslo (ml roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o koncentraci 1 mol/l) se vypočte dle následujícího vztahu:

$$\text{peroxidové číslo} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot x \cdot 1000}{m}$$

V_1 spotřeba titračního činidla při titraci vzorku (ml)

V_2 spotřeba titračního činidla při titraci slepého vzorku (ml)

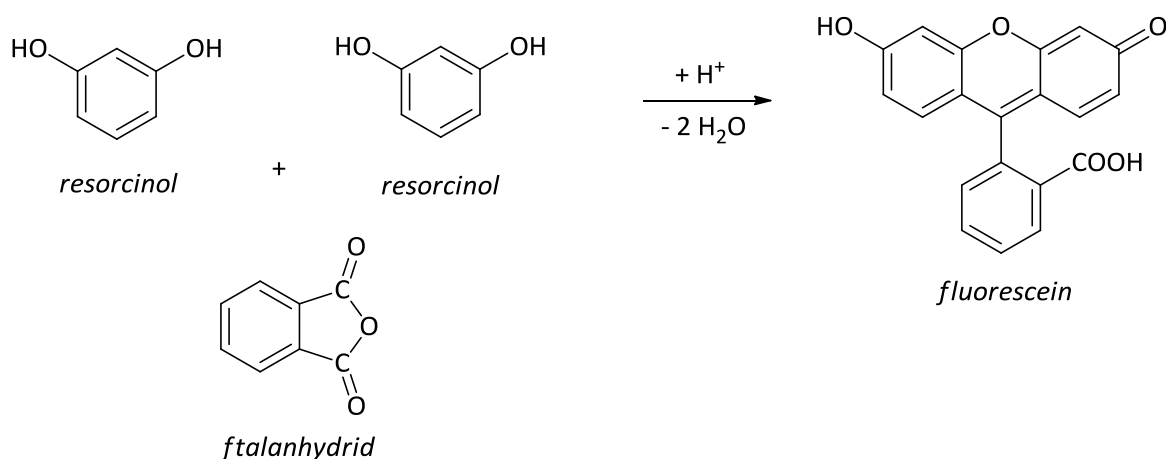
x přesná koncentrace odměrného roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol/ml)

m navážka vzorku tuku (g)

Příprava fluoresceinu

Princip práce:

Fluorescein (resorcinolftalein) je stejně jako fenolftalein typickým představitelem ftaleinových barviv. Tyto látky vznikají reakcí fenolů s ftalanhydridem. Výrazná barevnost vzniklých produktů je způsobena konjugovaným systémem chinonu a dvou aromatických jader ve vzniklé struktuře.



Úkol:

Proved'te syntézu fluoresceinu a otestujte vlastnosti produktu při rozpouštění ve vodě.

Pomůcky a chemikálie:

Ftalanhydrid, resorcinol (benzen-1,3-diol), koncentrovaná H_2SO_4 v dávkovači, 5% roztok KOH, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

V práci se používá koncentrovaná H_2SO_4 a roztok KOH. Používejte ochranné brýle a důsledně dodržujte návod.

Pracovní postup:

Syntéza fluoresceinu. Na předvážkách odvažte 1 g ftalanhydridu a 1,5 g resorcinolu, vpravte je do zkumavky a opatrným protřepáváním je promíchejte. Směs přímo nad mírným plamenem kahanu roztavte. Do taveniny přidejte dávkovačem velmi opatrně 0,5 ml koncentrované H_2SO_4 a dále mírně zahřívejte 2 minuty. Důsledně dbejte na to, aby ústí zahřívané zkumavky nikdy nesměřovalo na jiné studenty.

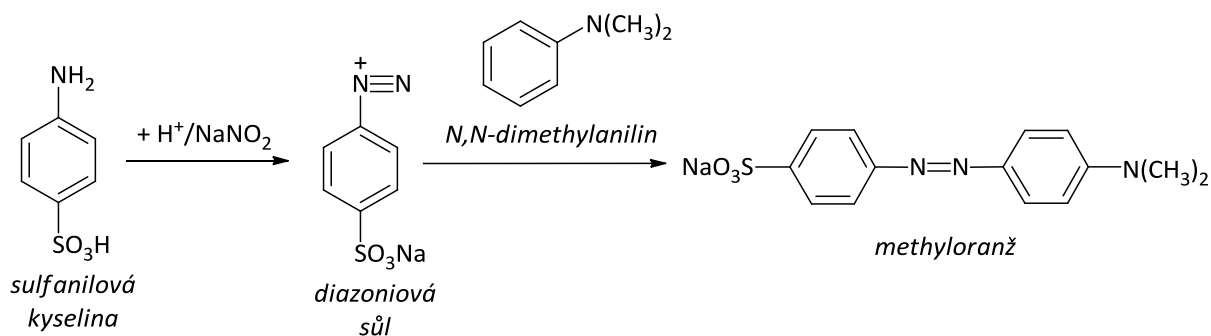
Směs ve zkumavce ponechte zcela (!) vychladnout, teprve potom přidejte odměrným válcem 5 ml 5% roztoku KOH a ponechte ji 5 minut stát.

Testování vlastností produktu. Naplňte kádinku (o objemu alespoň 2 l) velkým množstvím vody a nalijte do ní maximálně 0,5 ml roztoku reakčního produktu a pozorujte zbarvení roztoku v dopadajícím i procházejícím světle.

Příprava methyloranže

Princip:

Sulfanilová kyselina je reakcí s kyselinou dusitou převedena na diazoniovou sloučeninu, která kopulací s *N,N*-dimethylanilinem poskytne azosloučeninu methyloranž.



Úkol:

Proved'te syntézu methylovaného. Přechistěte získaný produkt rekrystalizací z vroucí vody a otestujte barevné změny jeho vodného roztoku při různých hodnotách pH.

Pomůcky a chemikálie:

Sulfanilová kyselina monohydrát (0,8 g), NaNO_2 (0,3 g), bezvodý Na_2CO_3 (0,25 g), *N,N*-dimethylanilin (0,5 ml), koncentrovaná kyselina octová (0,4 ml), Erlenmeyerovy baňky (2× 50 ml), kádinka (100 ml), Büchnerova a odsávací nálevka, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

N,N-Dimethylamin vykazuje karcinogenní účinky. Veškerou manipulaci s touto sloučeninou provádějte v digestoři za použití ochranných pomůcek (rukavic). K likvidaci reakčních zbytků používejte připravenou odpadní nádobu (ne výlevku). Dbejte zvýšené opatrnosti při rekrystalizaci produktu z vroucí vody – hrozí opaření či popálení.

Pracovní postup:

Diazotace. V Erlenmeyerově baňce (50 ml) rozpustěte 0,25 g bezvodého Na_2CO_3 v 10 ml vody a přidejte 0,8 g monohydrátu sulfanilové kyseliny (0,7 g v případě bezvodé sloučeniny). Zahřívejte baňku na vodní lázni až do úplného rozpuštění sulfanilové kyseliny. Vzniklý roztok ještě za horka zfiltrujte přes skládaný filtr do další Erlenmeyerovy baňky (50 ml). Na závěr promyjte filtr 1–2 ml vroucí vody. Získaný filtrát ochlaďte na laboratorní teplotu a přidejte k němu 0,3 g NaNO_2 . Po úplném rozpuštění NaNO_2 převed'te vzniklý roztok do kádinky (100 ml), do které jste umístili 5 ml ledové vody a 1 ml koncentrované HCl. Diazoniová sůl sulfanilové kyseliny by se měla začít postupně tvořit ve formě jemných bílých krystalků. Uchovávejte tento meziprodukt při teplotě 0–5 °C, než bude využit v dalším kroku.

Kopulace. Ve zkumavce smíchejte 0,5 ml *N,N*-dimethylanilinu a 0,4 ml koncentrované kyseliny octové. Zkumavku krátce ochlaďte v ledové tříšti. Přidejte tuto vychlazenou směs k diazoniové soli sulfanilové kyseliny, kterou jste připravili v předchozím kroku. Reakční směs intenzivně míchejte pomocí skleněné tyčinky za stálého chlazení kádinky ledem. Během několika minut by se měly začít tvořit červené krystalky. Nechte směs reagovat ještě dalších 15 minut. Poté do reakční směsi postupně přidejte 6 ml 10% roztoku NaOH (teplota reakční směsi by po celou dobu neměla přesáhnout 5 °C). Pomocí lakmusového papírku zkontrolujte, zda hodnota pH reakční směsi je vyšší než 7. Pokud ne, přidejte ještě několik dalších kapek 10% roztoku NaOH.

Po ukončení neutralizace převed'te reakční směs do varné baňky a uveďte ji pomocí vodní lázně na 5–10 minut k varu. Až se většina produktu rozpustí, přidejte 2 g NaCl a baňku ochlaďte ledovou tříští.

Vytvořené krystaly odsajte pomocí Büchnerovy nálevky a přečistěte rekrystalizací z vroucí vody (použijte cca 30 ml vody) (viz str. 28).

Testování vlastností produktu. Ověřte, k jakým barevným změnám dochází, pokud je několik krystalků produktu rozpuštěno ve vodě a k tomuto roztoku je po kapkách přidávána zředěná HCl či 10% roztok NaOH.

Chromatografické dělení rostlinných barviv

Princip:

Zelené části rostlin obsahují různá množství pyrrolových a karotenoidních barviv. Ta se dají oddělit rozdělovací chromatografií na tenké vrstvě nebo sloupci, tj. na koloně obsahující různé sorpční materiály, které se liší schopností zadržovat různé složky extraktu barviv, čehož se využívá pro jejich rozdělení a identifikaci. Barviva se z rostlinného materiálu nejprve vyextrahují do acetonu, poté se převedou extrakcí do petroletheru a získaný extrakt se chromatograficky rozdělí.

Potřeby a chemikálie:

Rostlinný materiál, aceton, petrolether, hexan, mořský písek, oxid hlinitý, uhličitán vápenatý, jemně rozetřená sacharóza, třecí miska s tloučkem, Erlenmeyerova baňka (250 ml), odpařovací miska, vodní lázeň (umístěná v digestoři), skleněná kolona, silikagelová TLC destička, vyvíjecí nádoba, Pasteurova pipeta.

Pracovní postup:

Příprava vzorku. 3–5 g rostlinného materiálu rozřežte na kousky a rozetřete v třecí misce se lžičkou mořského písku, přidejte 10 ml acetonu a materiál dokonale zhomogenizujte. Získaný homogenát převedte do zábrusové Erlenmeyerovy baňky, přidejte 25 ml petroletheru a baňku uzavřete zátkou. Protřepávejte, až se roztok zbarví do zelena. Pak baňku dolijte destilovanou vodou asi 1 cm pod zátku a nechte ji stát bez přístupu světla (v laboratorním stole). Oddělí se petroletherová vrstva obsahující barviva, která od sebe můžete oddělit pomocí tenkovrstvé nebo sloupcové chromatografie (dle pokynů vyučujícího).

a) Dělení pomocí tenkovrstvé chromatografie (TLC)

Část získaného extraktu (cca 10 ml) převedte do odpařovací misky a zakoncentrujte ho na vodní lázni na objem 1–2 ml (pracujte v digestoři). Tento extrakt poté pomocí velmi tenké skleněné kapiláry naneste na silikagelovou TLC destičku dle postupu uvedeného v oddíle 6.6 (str. 40). Vzorek nanášejte na stejné místo opakovaně, mezi jednotlivými aplikacemi vyčkejte, až se rozpouštědlo odpaří, aby se

minimalizovalo rozptí nanášeného vzorku. Destičku opatrně vložte do nádoby s vyvíjecí soustavou hexan/acetón (7/3, obj.) a ponechte mobilní fázi volně vzlínat. Vyvíjení ukončete, když dojde k dostatečnému oddělení jednotlivých barevných zón. Vyjměte destičku, tužkou na ní označte místo, kam dostoupila mobilní fáze, zakreslete též obrysy jednotlivých barevných skvrn a vypočtete hodnoty jejich retardačních faktorů R_F .

b) Dělení pomocí sloupcové chromatografie

Příprava kolony. Chromatografickou kolonu ucpěte na užším konci malým smotkem vaty a prostrčte její stonek otvorem v zátce umístěné v hrdle odsávací baňky, která je napojena na vodní vývěvu. Do trubice potom postupně nasypete oxid hlinitý (vrstva 2 cm), uhličitán vápenatý (4 cm) a sacharózu (6 cm) – sypaní provádějte pomalu, stejnoměrně a při mírně zapnuté vývěvě.

Nanášení a dělení vzorku. Po nasypání promyjte kolonu petroletherem a naneste na ni asi 1 ml petroletherového extraktu. Extrakt nanášejte pomalu, aby nedošlo ke zviření sorbentu v koloně. Jakmile vzorek právě vteče do kolony, promývejte ji opět petroletherem. Sledujte vývoj barevných zón.

Výsledek chromatografického dělení.

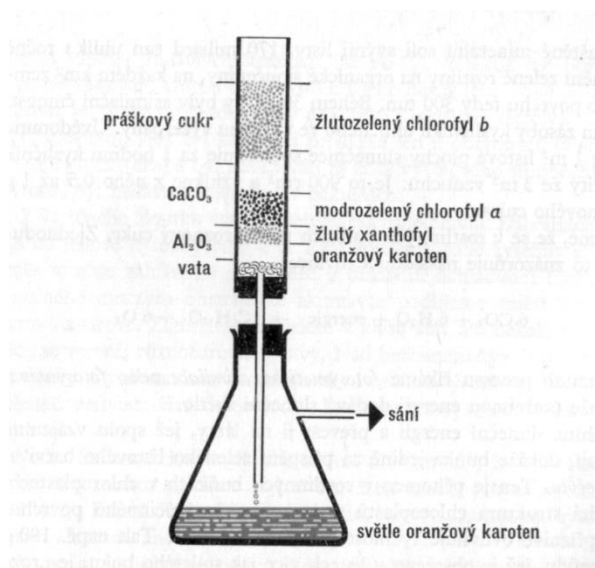
Barvy jednotlivých složek:

chlorofyl a - modrozelený

chlorofyl b - žlutozelený

xantofyly - světle žluté

karoteny - oranžové



Rozlišení syntetických potravinářských barviv rozpustných ve vodě

Princip:

Vedle přirozených barviv se v potravinářství používá ke stejnému účelu také skupina syntetických sloučenin. Tyto látky, označované jako syntetická potravinářská barviva, se přidávají do potravin nebo potravinových surovin v nezbytném množství, které je stanoveno zákonem. Také seznam látek, povolených v ČR k přibarvování potravin, je definován zákonem (Zákon o potravinách a tabákových

výrobcích, č. 110/1997 Sb. a vyhláška č. 298/1997). Izolace směsi syntetických potravinářských barviv využívá jejich sorpce na vlněné vlákno.

Potravinářská barviva rozpustná ve vodě se uvolní z potravin a ze vzniklého roztoku se izolují sorpcí na vlněné vlákno, z něhož se poté desorbují amoniakem a po zahuštění se dělí na TLC destičce v několika různých vyvíjecích soustavách. Identifikace jednotlivých barviv se provádí srovnáním se standardem.

Úkol:

Izolujte syntetická potravinářská barviva z potravinářského materiálu a rozdělte je chromatografií na tenké vrstvě. Podle složení standardu barviv, seznamu povolených potravinářských barviv a vašeho chromatogramu pokuste identifikovat barviva přítomná v připraveném vzorku. Porovnejte Váš výsledek k deklarovaným obsahem použitých barviv, který je uveden na původním obale potraviny.

Pomůcky a chemikálie:

Vzorky přibarvených potravin, 10% roztok kyseliny vinné, ethanol, odtučněné vlněné vlákno, běžné vybavení laboratorního stolu.

Vyvíjecí soustavy: soustava č. 1: 2 g citrátu sodného ve 100 ml 5% amoniaku
 soustava č. 2: butan-1-ol/kyselina octová/H₂O (1/1/1, obj.).

Pracovní postup:

Extrakce barviv ze vzorku. 10–15 g vzorku (tuhý materiál) navažte do kádinky (150 ml) a přidejte 35 ml vody. U povrchově barvených cukrovinek vyčkejte rozpuštění barevné vrstvy a roztok slijte do jiné kádinky. U kapalných vzorků (limonády, sirupy) odměřte 100 ml vzorku a vodu nepřidávejte. K získanému roztoku přidejte 25 ml 10% roztoku kyseliny vinné a do směsi vložte 25 cm dlouhé odtučněné vlněné vlákno. Obsah v kádince zahřívejte k varu. Var udržujte tak dlouho, až se vlákno dobře vybarví.

Příprava vzorku k chromatografii. Vybarvené vlákno vyjměte z roztoku skleněnou tyčinkou popř. pinzetou, promyjte ho studenou vodou a vložte do porcelánové misky. Přidejte 15 ml 2% roztoku amoniaku a misku zahřívejte nad vodní lázní tak dlouho, až barvivo přejde z vlákna do roztoku. Poté vlákno vyjměte. Vzorek zahustěte nad lázní do sucha a rozpusťte v několika kapkách destilované vody a přidejte kapku ethanolu. Tím je vzorek připraven pro chromatografii na tenké vrstvě (TLC).

Standardy barviv. Pro identifikaci složek směsi barviv získaných ze vzorku použijte předložené roztoky potravinářských barviv. Volte přednostně ta, jejichž přítomnost je ve zkoumané potravine deklarována.

Chromatografie. Postupujte dle návodu uvedeného v oddíle 6.6 (str. 41). Do vyvíjecí komory (popř. kádinky) nalijte asi 1 cm vysokou vrstvu vyvíjecí soustavy a nechte ji parami sytit asi 15 min. Na spodním

okraji na silufolové destičky vhodných rozměrů lehce vyznačte ve vzdálenosti 2 cm od spodního okraje čáru (obyčejnou tužkou). Dejte pozor, abyste tužkou příliš nepoškodili vrstvu naneseného sorbentu. Na tuto čáru pomocí kapiláry naneste doprostřed připravený vzorek, do ostatních pozic pak vybrané standardy potravinářského barviva v pravidelném rozmezí. Desku vložte do chromatografické komory (startovní čára musí být nad hladinou vyvíjecí soustavy) a nechte ji vyvíjet tak dlouho, až se barevné skvrny dobře rozdělí. Vypočítejte hodnoty R_F jednotlivých barevných skvrn a určete, zdali se některé shodují s hodnotami R_F použitých standardů.

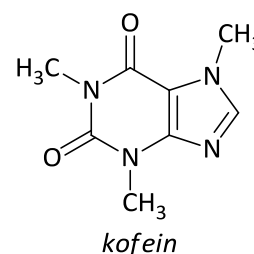
Doplňující úlohy:

- Co lze vyvodit o polaritě jednotlivých barevných sloučenin s ohledem na jejich hodnoty R_F ?

Izolace kofeinu z čaje

Princip:

Kofein se vytěsňuje z vazby na organické kyseliny pomocí CaCO_3 a poté se izoluje z čaje extrakcí dichlormethanem (CH_2Cl_2) a přečistí se sublimací.



Úkol:

Izolujte kofein ze zeleného čaje extrakcí dichlormethanem a přečistěte ho sublimací (viz str. 30). Pozorujte získaný produkt pomocí mikroskopu.

Pomůcky a chemikálie:

Zelený čaj, CaCO_3 (2 g), dichlormethan (60 ml), bezvodý MgSO_4 , varná baňka (250 ml), zpětný chladič, dělicí nálevka (250 ml), Büchnerova a filtrační nálevka, srdcová baňka (100 ml), sublimátor (odsávací zkumavka, zkumavka, vodní vývěva), vodní lázeň, mikroskop, běžné vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

Dichlormethan je látka podezřelá z karcinogenních účinků, může pronikat kůží, vyvarujte se vdechování jeho par (odpařujte ho v digestoři).

Postup:

Extrakce kofeinu. Do varné baňky (250 ml) nasypete přibližně 10 g zeleného čaje, přidejte 2 g práškového CaCO_3 a 75 ml vody. Zahřívejte tuto směs pod zpětným chladičem po dobu 15–20 minut a poté ji zfiltrujte pomocí Büchnerovy nálevky. Získaný filtrát ochlaďte a v dělicí nálevce (250 ml) extrahujte 25 ml dichlormethanu. Extrakci provádějte pouze krouživými pohyby nálevkou,

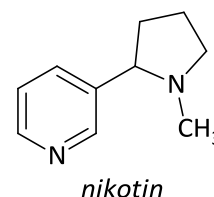
neprotřepávejte obě fáze, aby nedošlo k vytvoření obtížně rozdělitelné emulze. Pokud přesto k samovolnému oddělení jednotlivých vrstev nedojde, převedte vzorek do centrifugačních kyvet (dbejte na jejich správné vyvážení!) a vrstvy oddělte pomocí centrifugy. Extrakci opakujte ještě jednou s dalšími 25 ml. Obě organické (spodní) fáze smíchejte a přesušte přidáním přiměřeného množství bezvodého MgSO_4 . Extrakt přefiltrujte přes suchý skládaný filtr do srdcové baňky (100 ml). Po filtraci použijte ještě dalších 5 ml CH_2Cl_2 na promytí filtračního papíru. Odpařte rozpouštědlo ze srdcové baňky na vodní lázni (pracujte v digestoři!). Odparek musí být suchý. Pokud není, je nezbytné ho přesušit opětovným rozpuštěním v malém množství CH_2Cl_2 a dalším přidáním MgSO_4 (poté zfiltrovat a rozpouštědlo odpařit).

Sublimace kofeinu. Získaný odparek (zpravidla žlutozelené barvy) rozpustíte v přibližně 0,5 ml CH_2Cl_2 a tento roztok převedte pomocí Pasteurovy pipety na dno odsávací zkumavky. Pracujte opatrně, abyste roztokem nepotřísnili stěny zkumavky. Poté rozpouštědlo odpařte na vodní lázni. Připravte si ledovou tříšť a naplňte s ní zkumavku, jejíž vnější stěny poté dokonale osušte pomocí buničiny. Sestavte sublimátor, upevněte ho pomocí svorky do stojanu (dostatečně vysoko, aby pod ním bylo možné manipulovat s kahanem) a připojte ho k vodní vývěvě. Pusťte vodní vývěvu na maximální výkon a opatrně zahřívejte sublimační zkumavku mírným plamenem tak, aby nedošlo k pyrolýze vzorku. Jakmile dojde k vyloučení dostatečného množství kofeinu, sublimaci ukončete. Opatrně vyjměte vnitřní zkumavku a vyloučené krystaly setřete pomocí laboratorní špachtle na hodinové sklíčko. Prohlédněte si získané krystaly pomocí mikroskopu.

Izolace nikotinu z tabáku

Princip:

Nikotin patří mezi alkaloidy odvozené od pyridinu. Nejvíce je obsažen v listech i kořenech tabáku (*Nicotiana tabacum*), v menším množství i v některých dalších zástupcích čeledi lilkovitých. Nikotin je stejně jako ostatní alkaloidy zásaditý a v rostlinném materiálu je vázaný na organické kyseliny. Z této vazby se vytěsňuje silnější zásadou a poté se oddělí destilací.



Úkol:

Provedte izolaci nikotinu ze vzorku tabáku a dokažte jeho přítomnost v izolátu typickými barevnými reakcemi.

Pomůcky a chemikálie:

Dýmkový tabák, 5% roztok NaOH nebo KOH, Lugolův roztok (roztok I_2 v KI), nasycený vodný roztok kyseliny pikrové, aparatura na jednoduchou destilaci, vybavení laboratorního stolu.

Bezpečnostní rizika:

Nikotin je v koncentrovaném stavu velmi prudký jed (smrtelná dávka 500–1000 mg). Při požití může dojít k obrně dýchacího centra a následnému udušení. Získaný roztok nikotinu nepipetujte! Vyvarujte se potřísnění, nikotin se vstřebává také kůží.

Pracovní postup:

Sestavení aparatury. Sestavte destilační aparaturu pro destilaci ze sítky sestávající z varné baňky (100 ml), sestupného chladiče a Erlenmeyerovy baňky jako jímadla.

Izolace nikotinu. 3 g tabáku rozmělněte v třecí misce, vpravte do varné baňky, odměrným válcem přilijte 25 ml roztoku NaOH. Mírným plamenem varnou baňku šetrně zahřívejte, až začne destilovat bezbarvý produkt. Jímejte pouze malé množství destilátu (odhadem asi 5 ml). Získaná kapalina je vodným roztokem nikotinu, jehož přítomnost dokažte.

Důkaz nikotinu. Získaný produkt rozdělte do dvou zkumavek. Do jedné přidejte po kapkách kapátkem Lugolův roztok. Přítomný nikotin se sráží ve formě hnědé sraženiny. Do druhé části produktu přikapávejte roztok kyseliny pikrové. Postupně vzniká žlutá sraženina soli (pikrát nikotinu), která se nejprve v přebytku nikotinu rozpouští. Pikrát nikotinu vzniká ve stechiometrickém množství a dříve se tato reakce používala k vážkovému stanovení nikotinu.

9. PŘÍLOHY

Periodická soustava prvků																	
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12																	
I. A II. A III. A IV. A V. A VI. A VII. A VIII. A																	
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12																	
alkalické kovy alkalické kovy přechodné kovy kovy polokovy nekovy halogeny vzácné plyny																	
1 1.0079 1 H 1.0079 Vodík	2 4.00 2 He 4.00 Helium	3 6.94 3 Li 6.94 Lithium	4 9.01 4 Be 9.01 Beryllium	5 12.01 5 B 12.01 Křemík	6 12.01 6 C 12.01 Uhlík	7 14.01 7 N 14.01 Dusík	8 16.00 8 O 16.00 Kyslík	9 19.00 9 F 19.00 Fluor	10 20.18 10 Ne 20.18 Neon	11 26.98 11 Na 26.98 Sodík	12 28.09 12 Mg 28.09 Hořčík	13 26.98 13 Al 26.98 Hliník	14 28.09 14 Si 28.09 Křemík	15 30.97 15 P 30.97 Fosfor	16 32.06 16 S 32.06 Síra	17 35.45 17 Cl 35.45 Chlor	18 39.95 18 Ar 39.95 Argon
19 39.10 19 K 39.10 Draslík	20 40.08 20 Ca 40.08 Vápník	21 44.96 21 Sc 44.96 Skandium	22 47.88 22 Ti 47.88 Titan	23 50.94 23 V 50.94 Vanad	24 52.00 24 Cr 52.00 Chrom	25 54.94 25 Mn 54.94 Mangan	26 55.85 26 Fe 55.85 Železo	27 58.93 27 Co 58.93 Kobalt	28 58.69 28 Ni 58.69 Nikl	29 63.55 29 Cu 63.55 Měď	30 65.38 30 Zn 65.38 Zinek	31 69.72 31 Ga 69.72 Gallium	32 72.61 32 Ge 72.61 Germanium	33 74.92 33 As 74.92 Arsen	34 78.96 34 Se 78.96 Selen	35 79.90 35 Br 79.90 Brom	36 83.80 36 Kr 83.80 Krypton
37 85.47 37 Rb 85.47 Rubidium	38 87.62 38 Sr 87.62 Stroncium	39 88.91 39 Y 88.91 Yttrium	40 91.22 40 Zr 91.22 Zirkonium	41 92.91 41 Nb 92.91 Niobium	42 95.94 42 Mo 95.94 Molybden	43 98 43 Tc 98 Technecium	44 101.07 44 Ru 101.07 Ruthenium	45 102.91 45 Rh 102.91 Rhodium	46 106.42 46 Pd 106.42 Palladium	47 107.87 47 Ag 107.87 Stříbro	48 112.41 48 Cd 112.41 Kadmium	49 114.82 49 In 114.82 Indium	50 118.71 50 Sn 118.71 Cín	51 121.75 51 Sb 121.75 Antimon	52 127.60 52 Te 127.60 Tellur	53 126.90 53 I 126.90 Jod	54 131.29 54 Xe 131.29 Xenon
55 132.91 55 Cs 132.91 Cesium	56 137.33 56 Ba 137.33 Baryum	57 138.91 57 La 138.91 Lanthan	58 140.12 58 Ce 140.12 Cer	59 140.91 59 Pr 140.91 Praseodym	60 144.24 60 Nd 144.24 Neodym	61 145 61 Pm 145 Promethium	62 150.36 62 Sm 150.36 Samarium	63 151.96 63 Eu 151.96 Europium	64 157.25 64 Gd 157.25 Gadolinium	65 158.93 65 Tb 158.93 Terbium	66 162.50 66 Dy 162.50 Dysprosium	67 164.93 67 Ho 164.93 Holmium	68 167.26 68 Er 167.26 Erbium	69 168.93 69 Tm 168.93 Thulium	70 173.04 70 Yb 173.04 Ytterbium	71 174.04 71 Lu 174.04 Lutetium	72 175.04 72 Hf 175.04 Hafnium
87 223 87 Fr 223 Francium	88 226.03 88 Ra 226.03 Radium	89 227.03 89 Ac 227.03 Aktinium	90 232.04 90 Th 232.04 Thorium	91 231.04 91 Pa 231.04 Protaktinium	92 238.03 92 U 238.03 Uran	93 237.05 93 Np 237.05 Neptunium	94 239 94 Pu 239 Plutonium	95 243 95 Am 243 Americium	96 247 96 Cm 247 Curium	97 247 97 Bk 247 Berkelium	98 251 98 Cf 251 Kalifornium	99 252 99 Es 252 Einsteinium	100 257 100 Fm 257 Fermium	101 258 101 Md 258 Mendelēvium	102 259 102 No 259 Nobelium	103 260 103 Lr 260 Lawrencium	104 261 104 Rf 261 Rutherfordium
Lanthanoidy																	
Aktinoidy																	
13 14 15 16 17 18																	
III. A IV. A V. A VI. A VII. A VIII. A																	
101 252 101 Es 252 Einsteinium	102 257 102 Fm 257 Fermium	103 258 103 Md 258 Mendelēvium	104 259 104 No 259 Nobelium	105 260 105 Lr 260 Lawrencium	106 261 106 Rf 261 Rutherfordium	107 262 107 Db 262 Dubnium	108 263 108 Hs 263 Hassium	109 265 109 Mt 265 Meitnerium	110 266 110 Ds 266 Darmstadtium	111 267 111 Rg 267 Roentgenium	112 268 112 Cn 268 Copernicium	113 269 113 Uut 269 Ununtrium	114 270 114 Fl 270 Flerovium	115 271 115 Uup 271 Ununpentium	116 272 116 Lv 272 Livermorium	117 273 117 Uus 273 Ununseptium	118 274 118 Uuo 274 Ununoctium

HUSTOTA VODY PŘI RŮZNÝCH TEPLITÁCH

teplota [°C]	hustota [g/ml]	teplota [°C]	hustota [g/ml]
10,0	0,999 73	22,5	0,997 68
10,5	0,999 68	23,0	0,997 57
11,0	0,999 63	23,5	0,997 45
11,5	0,999 58	24,0	0,997 32
12,0	0,999 53	24,5	0,997 20
12,5	0,999 47	25,0	0,997 07
13,0	0,999 40	25,5	0,996 94
13,5	0,999 34	26,0	0,996 81
14,0	0,999 27	26,5	0,996 68
14,5	0,999 20	27,0	0,996 54
15,0	0,999 13	27,5	0,996 40
15,5	0,999 05	28,0	0,996 26
16,0	0,998 97	28,5	0,996 12
16,5	0,998 89	29,0	0,995 97
17,0	0,998 80	29,5	0,995 82
17,5	0,998 71	30,0	0,995 67
18,0	0,998 62	30,5	0,995 52
18,5	0,998 53	31,0	0,995 37
19,0	0,998 43	31,5	0,995 21
19,5	0,998 33	32,0	0,995 05
20,0	0,998 23	32,5	0,994 89
20,5	0,998 13	33,0	0,994 73
21,0	0,998 02	33,5	0,994 56
21,5	0,997 91	34,0	0,994 40
22,0	0,997 80	34,5	0,994 23

OZNAČOVÁNÍ LÁTEK A SMĚSÍ

Pravidla pro správné označování chemických látek a směsí upravuje Nařízení (ES) č. 1272/2008 o klasifikaci, označování a balení látek a směsí (nařízení CLP) se systémem GHS (globálně harmonizovaný systém klasifikace a označování chemických látek), což je systém Organizace spojených národů pro identifikaci nebezpečných látek a informování uživatelů o těchto nebezpečích. Následující text uvádí nově používané symboly a krátkou charakterizaci dotčených látek.

Nebezpečné látky

Mnohé sloučeniny, se kterými se pracuje v laboratoři, průmyslu, ale i v domácnostech, mohou mít při nevhodném zacházení nežádoucí účinky na bezpečnost či zdraví. Je třeba je správně označovat a znát dobře pravidla pro bezpečnou práci s nimi.

O vlastnostech nebezpečných chemických látek informují tzv. standardní věty a výstražné symboly na štítcích. Podrobné údaje o vlastnostech jakékoliv chemické látky uvádí jejich výrobce v bezpečnostních listech.

Nové označování látek a směsí se oproti předchozímu systému liší v několika ohledech.

- 1) Na etiketě je uveden rozšířený soubor fyzikálních vlastností nebezpečných pro zdraví člověka a životní prostředí.
- 2) Používají se nové symboly – piktogramy GHS. Předchozí systém používal černé piktogramy na oranžovém obdélníkovém pozadí, nové jsou černé v červeně orámovaném čtverci.
- 3) Zavádějí se signální slova: „*Nebezpečí*“ pro závažné kategorie nebezpečnosti a „*Varování*“ pro méně závažné.
- 4) Standardní věty o nebezpečnosti, tzv. „H-věty“, nahradily původní „R-věty“.
- 5) Pokyny pro bezpečné zacházení, tzv. „P-věty“, nahradily původní „S-věty“.
- 6) Etikety musí dále obsahovat informace o látce a o dodavateli.
- 7) Je uvedeno datum trvanlivosti (expirace).

Následující webové stránky jsou určeny k názornému seznámení s bezpečnostními pravidly a značením: https://www.napofilm.net/cs/napos-films/films?view_mode=page_grid.

VÝSTRAŽNÉ SYMBOLY POUŽÍVANÉ K OZNAČOVÁNÍ CHEMICKÝCH LÁTEK (PIKTOGRAMY GHS)



Výbušné látky

Jsou to sloučeniny nebo jejich směsi, které jsou schopné mimořádně rychlé reakce doprovázené vývojem velkého množství tepla a plynů (výbuchu). Za určitých podmínek mohou vybuchovat i hořlavé plyny nebo tuhé, velmi jemně práškovité látky.



Hořlavé látky

Látka je hodnocena jako hořlavina, pokud za podmínek požáru hoří a uvolňuje energii, nejčastěji ve formě světla a tepla. Hořlaviny se nesmějí zahřívat otevřeným ohněm, je nutno vyloučit účinek statické elektřiny (jiskření u vadných elektrických spotřebičů).



Oxidující látky

Látky takto označené jsou plyny, kapaliny nebo pevné látky, které působí jako oxidační činidla a mohou zesílit požár nebo výbuch. Nesmí se zahřívat. Při jejich používání je třeba důsledně používat ochranné pomůcky.



Látky nebezpečné pro zdraví

Látka s tímto označením splňuje jednu nebo více podmínek nebezpečnosti: karcinogenitu, vliv na reprodukci a zárodek, mutagenní účinky, nebezpečnost pro dýchací cesty, toxicita pro určité orgány, při expozici má škodlivé následky.



Látky nebezpečné pro životní prostředí

Tyto látky jsou nebezpečné životnímu prostředí a působí poškození některé jeho složky. Nevhodné účinky se omezí zejména při dodržování zásad správné likvidace takových látek.



Dráždivé látky

Tyto látky působí při neopatrné manipulaci vratné podráždění kůže nebo sliznic. Mohou být také omamné a způsobovat ospalost či závratě. Je u nich zaznamenána toxicita nebo schopnost poškodit ozonovou vrstvu. Pro práci s látkami produkujícími dráždivé plyny nebo výpary je vyhrazena digestoř s odtahem.



Akutně toxické látky

Jedy jsou ty chemické sloučeniny, které vykazují významný systémový toxický účinek na živé organismy a mohou při styku s kůží, vdechnutí či polknutí způsobit smrt. V laboratoři se uchovávají odděleně od ostatního vybavení. Při práci se musí důsledně používat ochranné pomůcky, a minimalizovat tak možnost intoxikace. Odpady jedovatých sloučenin se likvidují odděleně od ostatních odpadů.



Korozivní, žíravé látky

Za žíraviny jsou považovány ty chemické látky, které mohou svým působením nevratně poškodit jiné látky nebo živou tkáň a způsobují poleptání nebo korozi. Počítají se mezi ně zejména kyseliny a hydroxidy (louhy). Při práci s nimi je nutné chránit si zrak (ochranné brýle) a vyvarovat se potřísnění. Zbytky jejich roztoků se likvidují velkým zředěním vodou.



Plyny pod tlakem

Toto označení je určeno pro zařízení, které obsahuje plyn pod tlakem, zchlazený nebo rozpuštěný plyn. Nebezpečná situace může nastat při zahřívání nebo v případě požáru. Pro práci s tlakovými lahvemi platí specifická pravidla.

Příklad označení originálního balení chemické látky:

identifikace látky

Methanol Objem: 2.5 l

Obsahuje: Methanol (CAS 67-56-1) 100%

piktogramy - výstražné symboly

signální slovo

NEBEZPEČÍ.

Distributor: Demo s.r.o., U vodojemu 35, 120 00 Praha,
IČ: 12345678
Tel: 526123456, demo@demo.cz, www.consulteco.cz

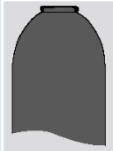
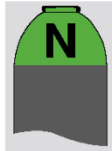
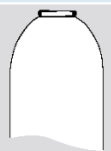
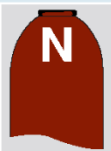
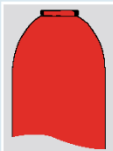
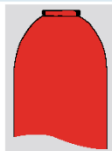
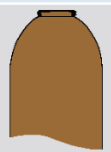
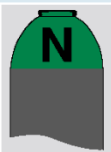
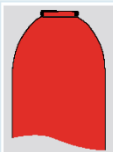
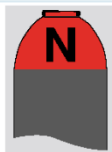
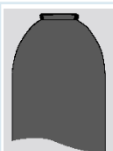
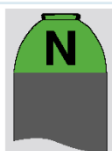
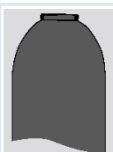
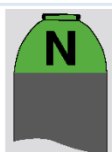
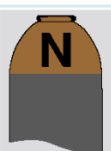
identifikace výrobce

standardní věty o nebezpečnosti

pokyny pro bezpečné zacházení

H225: Vysoce hořlavá kapalina a páry
H301: Toxický při požití
H311: Toxický při styku s kůží
H331: Toxický při vdechování
H370: Způsobuje poškození orgánů
P210: Ochráňte před teplem/jiskrami/otevřeným plamenem/horkými povrchy; –
Zákaz kouření
P241: Používejte elektrické/ventilační/osvětlovací/...
zařízení do výbušného prostředí
P260: Nevdechujte
prach/dým/plyn/mihu/páry/aerosoly
P301/P310: PŘI POŽITÍ:
Okamžitě volejte TOXIKOLOGICKÉ
INFORMAČNÍ STŘEDISKO nebo
lékaře P303/P361/P53: PŘI STYKU S
KŮŽÍ (nebo s vlasy): Veškeré
kontaminované části oděvu
okamžitě svlékněte. Opláchněte
kůži vodou/osprchujte
P361: Veškeré kontaminované části
oděvu okamžitě svlékněte
P405: Skladujte uzamčeně

BAREVNÉ ZNAČENÍ TLAKOVÝCH LAHVÍ

Stávající stav (převažující)	Nové značení	Stávající stav (převažující)	Nové značení
 modrá modrá	 bílá modrá (šedá)	 šedá šedá (černá)	 jasně zelená šedá (jasně zelená)
kyslík technický		xenon, krypton, neon	
 bílá bílá	 kaštanová kaštanová (bílá, šedá)	 červená červená	 červená červená
acetylen		vodík	
 hnědá hnědá	 tmavě zelená hnědá (šedá, tmavě zelená)	 červená červená	 červená šedá
argon		hořlavá směs plynů (směsi: dusík/vodík, argon/vodík)	
 zelená zelená	 černá zelená (šedá)	 šedá šedá	 jasně zelená šedá
dusík		stlačený vzduch	
 černá černá	 šedá šedá	 šedá šedá	 jasně zelená šedá
oxid uhličitý		inertní směs plynů (směsi: dusík/oxid uhličitý, dusík/etylen, argon/oxid uhličitý, argon/kyslík, argon/oxid uhličitý/kyslík)	
 hnědá hnědá	 hnědá (jasně zelená) hnědá (šedá)		
helium			

Poznámka:

Válcová část lahve může být označena různými barvami, z nichž jedna je zde zobrazena barevně a ostatní jsou uvedeny v závorce.

ŠKOLENÍ STUDENTŮ O POŽÁRNÍ OCHRANĚ A BEZPEČNOSTI A OCHRANĚ ZDRAVÍ PŘI PRÁCI

1. Požární ochrana

V souladu se zákonem č. 133/85 Sb. o požární ochraně, v platném znění, **jsou studenti povinni:**

- a) počínat si tak, aby jejich činnost nebyla příčinou vzniku požáru;
- b) plnit příkazy a na označených místech dodržovat zákazy týkající se požární ochrany;
- c) v prostorách budov fakulty dodržovat zákaz kouření;
- d) seznámit se s požárními poplachovými směrnicemi (jsou umístěny na viditelných místech v prostorách objektů);
- e) seznámit se s únikovými cestami a únikovými východy;
- f) oznámit pedagogickému doзору závady, které mohou být příčinou požáru;
- g) ohlásit ihned vznik požáru pedagogickému doзору;
- h) je-li to možné, uhasit požár nebo provést nutná opatření k zamezení jeho šíření, přičemž se nesmí vystavit nebezpečí nebo ohrožení sebe nebo jiné osoby;
- i) při použití přenosných hasicích přístrojů k likvidaci vzniklého požáru je třeba postupovat s rozvahou a použít hasicí přístroj vhodný pro hořící látku;
- j) v případě vzniku požáru postupovat dle pokynů uvedených v požárních poplachových směrnicích;
- k) po vyhlášení evakuace jsou povinni opustit objekt nejbližším únikovým východem, přičemž se řídí pokyny členů evakuačního týmu.

Studenti nesmí:

- a) poškozovat, odstraňovat nebo ničit pokyny, směrnice a tabulky sloužící požární ochraně;
- b) v prostoru fakulty manipulovat s otevřeným ohněm, hořlavinou, zábavnou pyrotechnikou a výbušninami;
- c) poškozovat, zneužívat nebo jiným způsobem znemožňovat použití hasicích přístrojů, nástěnných hydrantů a požárně bezpečnostních zařízení.

Použití přenosných hasicích přístrojů

TYP HP	VHODNÝ	NEVHODNÝ	NESMÍ SE POUŽÍT!
Pěnový HP AB 	pevné hořlavé látky benzín, nafta, minerální oleje a tuky	hořlavé kapaliny mísící se s vodou hořlavé plyny	elektrická zařízení pod proudem lehké a hořlavé alkalické kovy
Vodní HP A 	papír, dřevo a další pevné hořlavé látky alkoholy	benzín, nafta, lín, ředidlo hořlavé plyny archivy	elektrická zařízení pod proudem lehké a hořlavé alkalické kovy látky prudce reagující s vodou (např. kyseliny) rostlinné a živočišné tuky a oleje
Práškový HP BC nebo ABCD 	pevné látky elektrická zařízení pod proudem hořlavé plyny benzín, nafta, oleje	dřevo, uhlí, textil hořlavé kovy jemná mechanika a elektronika	lehké a hořlavé alkalické kovy
Sněhový HP (CO₂) BC 	elektrická zařízení pod proudem hořlavé plyny hořlavé kapaliny hořlavé kovy jemná mechanika a elektronické zařízení	pevné hořlavé látky typu dřeva, textil, uhlí	lehké a hořlavé alkalické kovy hořlavý prach sypké látky
Halonový HP BC 	kromě pevně žhnoucích látek vše	pevné žhnoucí látky	

POŽÁRNÍ POPLACHOVÉ SMĚRNICE

Při vzniku požáru je nutno provést všechna opatření k rychlému zásahu pro lokalizaci a likvidaci požáru a ohlášení požáru. Osoba, která zpozoruje požár, je povinna sama nebo za pomoci jiných uhasit požár hasicími přístroji nebo jinými vhodnými prostředky a na ohlašovnu požárů ohlásit nebo zabezpečit ohlášení požáru na:

OPERAČNÍ STŘEDISKO HASIČSKÉHO ZÁCHRANNÉHO SBORU KRAJE (TEL.: 150),

příčemž je nutno oznámit:

- a) **KDO VOLÁ** (jméno a telefonní číslo, odkud se telefonuje);
- b) **KDE HOŘÍ** (adresu a název objektu, který je požárem zasažen);
- c) **CO HOŘÍ** (jaké materiály a v jakém rozsahu).

Požární poplach se vyhlašuje voláním „**HOŘÍ! – HOŘÍ!**“.

Do příjezdu jednotky hasičského záchranného sboru kraje, evakuaci osob a hasební práce bude zajišťovat správce objektu a vyučující dle rozvrhu. Budou vydávat pokyny a úkoly pro zdolání požáru, vypnutí elektrického proudu, uzavření hlavních uzávěrů médií apod. Zaměstnanci, studenti a ostatní osoby, které se v době požáru nacházejí v objektu, jsou po vyhlášení evakuace povinni opustit objekt nejbližším únikovým východem.

Důležitá telefonní čísla:

HLÁŠENÍ POŽÁRŮ HZS KRAJE	150	ELEKTRÁRNA	800 225 577
ZÁCHRANNÁ SLUŽBA	155	VODÁRNA	840 111 112
POLICIE	158	PLYNÁRNA	1239
INTEGROVANÝ ZÁCHRANNÝ SYSTÉM	112		

2. Bezpečnost a ochrana zdraví při práci v laboratoři

Každý student je povinen dbát podle svých možností o svou vlastní bezpečnost, o své zdraví i o bezpečnost a zdraví fyzických osob, kterých se bezprostředně dotýká jeho jednání.

Zejména je povinen:

- a) dodržovat veškeré bezpečnostní předpisy, se kterými byl seznámen;
- b) dbát na zvýšené opatrnosti při otvírání dveří;
- c) dodržovat zásady bezpečného chování v laboratoři tak, aby nedošlo k ohrožení zdraví a života osob;
- d) chovat se tak, aby předcházel poškození, ztrátě, zničení a zneužití majetku JU;
- e) chránit osobní věci před způsobením škody jinou osobou, neodkládat je na veřejně dostupných místech;
- f) do kontejnerů a příslušných nádob na odpad odkládat pouze odpad do těchto nádob určených;
- g) oznámit ihned svému pedagogickému pracovníkovi jakékoliv poranění, ke kterému došlo při plnění školních povinností nebo v přímé souvislosti s nimi;
- h) okamžitě nahlásit vyučujícímu pedagogovi veškeré momentální zdravotní indispozice, zhoršení chronických stavů, apod.;
- i) při práci v laboratoři dodržovat příkazy a pokyny pedagogického pracovníka;
- j) oznámit bez prodlení pedagogickému pracovníkovi závady a nedostatky, které by mohly ohrozit bezpečnou práci nebo zapříčinit vznik požáru, případně sám oznámit požár, kdyby ho zpozoroval;
- k) podrobit se přezkoušení znalostí v rozsahu předpisu nebo činností, které by mohly ohrozit jeho zdraví nebo život;
- l) dodržovat zákaz kouření.

Těhotné ženy musí upozornit vyučujícího na svůj stav a dodržovat podmínky stanovené příslušnými předpisy.

Studenti nesmí:

- a) zasahovat do elektrického zařízení;
- b) zapínat, vypínat, případně obsluhovat stroje, přístroje a zařízení, které jim nebyly v rámci výuky přiděleny a s jejichž obsluhou nebyli prokazatelně seznámeni;

-
- c) požívat alkoholické nápoje a jiné omamné prostředky a návykové látky před začátkem ani během výuky.

Odpovědnost za škody:

- a) student odpovídá škole za škodu, kterou jí způsobil při teoretickém nebo praktickém vyučování nebo v přímé souvislosti s ním;
- b) JU odpovídá studentům za škodu, která jim vznikla porušením právních povinností nebo úrazem při teoretickém a praktickém vyučování nebo v přímé souvislosti s ním.

10. POUŽITÁ A DOPLŇUJÍCÍ LITERATURA

- Bárta M., Kurfürst A., Liška F., Pošta A.: *Návody k laboratořím z organické chemie*. VŠCHT Praha (1991), 194 s.
- Janků Z.: *Školní pokusy z organické chemie*. Karolinum Praha (2008), 300 s.
- Kalač P., Helclová Z.: *Cvičení z organické chemie*. ZF JU České Budějovice (1995), 100 s.
- Lichtenberg K., Schmidtmayerová J.: *Laboratorní technika*. ZF JU České Budějovice (2003), 99 s.
- Šilhánková A. a kol.: *Laboratoř organické chemie*. VŠCHT Praha (2007), 58 s.
- Večeřa M., Panchartek J.: *Laboratorní příručka organické chemie. Organická syntéza v otázkách a odpovědích*. SNTL/Alfa Praha (1987), 624 s.