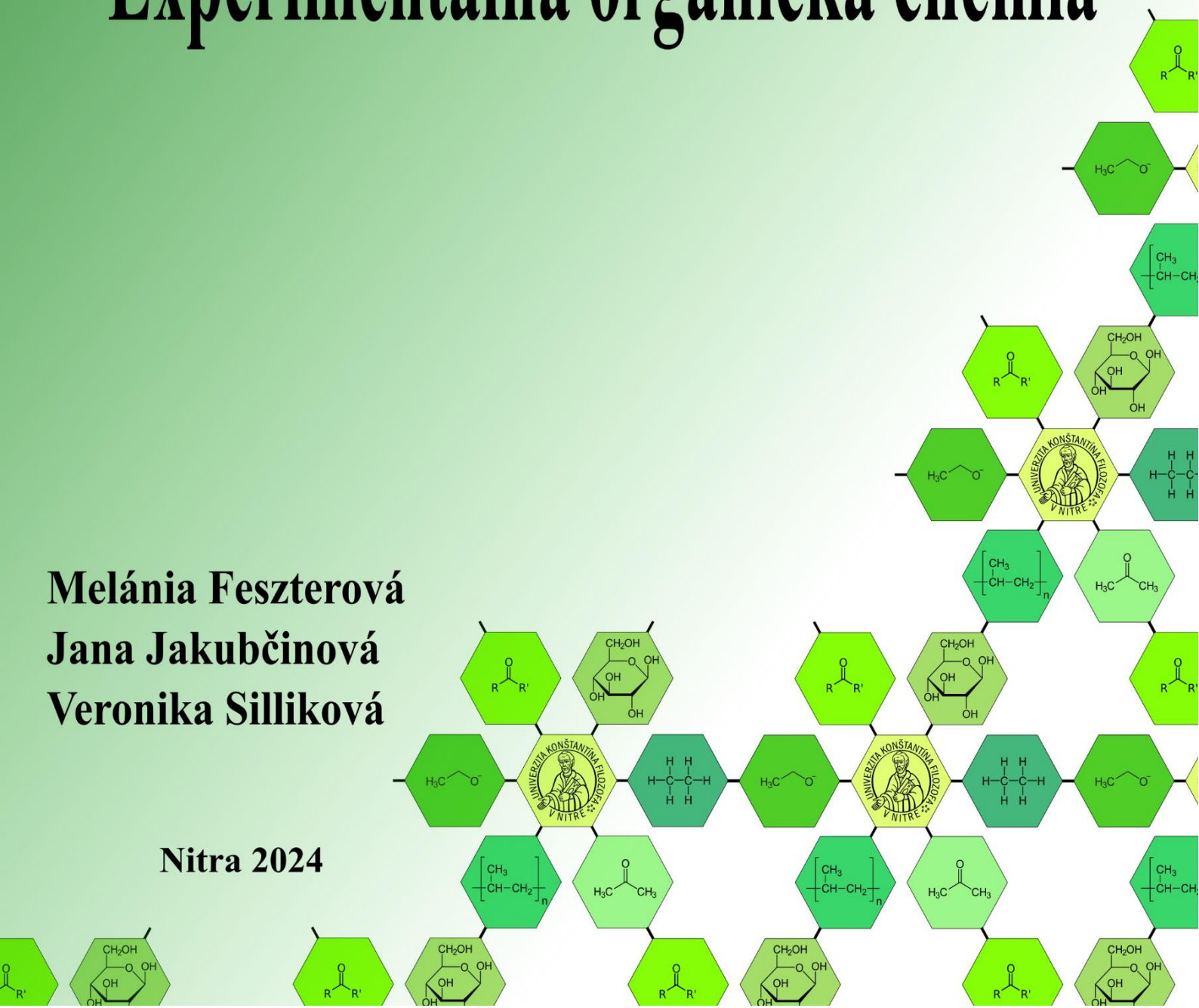


UNIVERZITA KONŠTANTÍNA FILOZOFA V NITRE
FAKULTA PRÍRODNÝCH VIED A INFORMATIKY

Experimentálna organická chémia

Melánia Feszterová
Jana Jakubčinová
Veronika Silliková

Nitra 2024





UNIVERZITA KONŠTANTÍNA FILOZOFA V NITRE
FAKULTA PRÍRODNÝCH VIED A INFORMATIKY

Experimentálna organická chémia

Vysokoškolská učebnica

Melánia Feszterová, Jana Jakubčinová, Veronika Silliková

Nitra 2024

Experimentálna organická chémia

Edícia Prírodovedec č. 847

Autori:

doc. Ing. Melánia Feszterová, PhD., *Univerzita Konštantína Filozofa v Nitre, FPVal*

Mgr. Jana Jakubčinová, PhD., *Univerzita Konštantína Filozofa v Nitre, FPVal*

RNDr. Veronika Silliková, PhD., *Ústav anorganickej chémie SAV, v. v. i.*

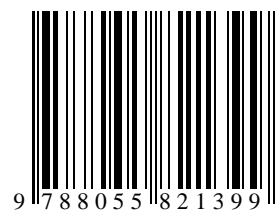
Recenzenti:

dr. hab. inž. Elžbieta Sałata, prof. URad.

dr. Justyna Bojanowicz, prof. URad.

(c) 2024 Univerzita Konštantína Filozofa v Nitre

ISBN 978-80-558-2139-9



Obsah

| | |
|---|-----|
| Predhovor | 5 |
| 1 Bezpečnosť práce a ochrana zdravia v chemickom laboratóriu | 7 |
| 1.1 Bezpečnosť práce v chemickom laboratóriu | 7 |
| 1.2 Klasifikácia chemických látok | 12 |
| 1.3 Prvá pomoc | 15 |
| 1.4 Príprava na laboratórne cvičenie | 18 |
| 1.5 Karta bezpečnostných údajov | 19 |
| 1.6 Charakterizácia východiskových látok v úlohách | 24 |
| 2 Laboratórne sklo, základné aparatúry a výpočty v organickej chémii | 26 |
| 2.1 Laboratórne sklo | 26 |
| 2.2 Základné aparatúry používané v organickej chémii | 27 |
| 2.3 Jednoduché výpočty | 29 |
| 3 Základné metódy organickej chémie | 31 |
| 3.1 Kryštalizácia | 31 |
| 3.2 Destilácia | 32 |
| 3.2.1 Destilácie a ich rozdelenie | 33 |
| 3.2.1a Jednoduchá destilácia | 33 |
| 3.2.1b Frakčná destilácia | 34 |
| 3.2.1c Rektifikácia | 34 |
| 3.2.1d Destilácia za zníženého tlaku | 35 |
| 3.2.1e Destilácia vodnou parou | 36 |
| 3.3 Extrakcia | 37 |
| 3.4 Chromatografia | 38 |
| 3.4.1 Klasifikácia chromatografických metód | 39 |
| 3.4.1.1 Delenie chromatografie podľa prebiehajúcich fyzikálno-chemických procesov | 40 |
| a) Rozdeľovacia chromatografia | 40 |
| 3.4.1.2 Delenie chromatografie podľa usporiadania stacionárnej fázy | 43 |
| e) Chromatografia obrátených fáz | 45 |
| f) Tenkovrstvová chromatografia | 46 |
| g) Stĺpcová chromatografia | 46 |
| 4 Protokoly k laboratórnym cvičeniam | 48 |
| Záver | 117 |
| Použitá literatúra | 118 |
| Prílohy | 121 |

Predhovor

Vysokoškolská učebnica pod názvom Experimentálna organická chémia je súhrnným materiálom, ktorý sa zaoberá vybranými experimentami z organickej chémie. Učebnica vznikla ako výsledok niekoľkoročných skúseností a je určená pre študentov denného štúdia učiteľstva chémie v kombinácii na Katedre chémie Fakulty prírodných vied a informatiky Univerzity Konštantína Filozofa v Nitre.

Organické zlúčeniny sa vyskytujú v našom každodennom živote a majú značný význam v rôznych oblastiach, ako sú napríklad farmaceutický priemysel, kozmetika, potravinárstvo a mnoho ďalších. Organická chémia je zároveň v súbehu s ďalšími chemickými disciplínami, ako sú anorganická chémia, biochémia, analytická chémia, fyzikálna chémia, či materiálová chémia.

Vysokoškolská učebnica sa zameriava na organickú chémiu s aplikáciou v praxi, t. j. praktické cvičenia vykonávané v chemickom laboratóriu. Cieľom vysokoškolskej učebnice je poskytnúť základné znalosti a zručnosti pre bezpečnú prácu v chemickom laboratóriu a správne používanie základného laboratórneho vybavenia. Predloženú učebnicu tvoria štyri kapitoly, ktoré sú nevyhnutnou súčasťou výučby predmetu Laboratórne cvičenie z organickej chémie. Navrhnuté kapitoly a experimenty poskytujú študentom základné vedomosti k vybraným technikám a postupom, ktoré sa používajú v organickom laboratóriu. Vysokoškolská učebnica obsahuje aj niekoľko praktických úloh, ktoré majú študentov oboznámiť s často používanými chemickými metódami.

Prvá časť vysokoškolskej učebnice sa zameriava na bezpečnosť práce v laboratóriu a ochranu zdravia. Študenti sa dozvedia ako pracovať bezpečne v laboratórnom prostredí, ako klasifikovať chemické látky, či poskytnúť prvú pomoc v prípade rizika alebo nebezpečnej situácie. Študenti by mali byť oboznámení s tým, že laboratórne cvičenia budú zahŕňať aj prácu s nebezpečnými chemikáliami, a preto je potrebné dodržiavať všetky zásady bezpečnosti pri práci.

Druhá časť vysokoškolskej učebnice poskytuje študentom základné informácie o laboratórnom skle, aparatúrach používaných v organickej chémii a základných výpočtoch. Táto časť je dôležitá pre správne porozumenie organických metód a ich aplikáciu do praxe.

Tretia kapitola je venovaná organickým metódam ako sú: kryštalizácia, destilácia, extrakcia, tenkovrstvová chromatografia. Študenti sa dozvedia ako sa tieto metódy používajú a na čom závisí ich úspešnosť.

Posledná časť vysokoškolskej učebnice obsahuje niekoľko jednoduchých experimentov – protokolov z organickej chémie, ktoré pomôžu študentom lepšie pochopiť základné pojmy organickej chémie a pomôže im nadobudnúť praktické skúsenosti v organickom laboratóriu.

Vysokoškolská učebnica Experimentálna organická chémia by mala slúžiť ako pomoc pri nadobúdaní a overovaní teoretických vedomostí, pri príprave na laboratórne cvičenia a mala by byť prístupná nielen pre študentov denného učiteľského štúdia, ktorým je prednostne venovaná, ale aj pre ďalšie študijné programy so zameraním na oblasť organickej chémie a jej využitie v praxi. Organická chémia je zaujímavá a dôležitá chemická vedná disciplína. Teoretická časť a navrhnuté laboratórne cvičenia poskytnú študentom príležitosť získať praktické skúsenosti a upevniť si vedomosti z tejto oblasti. Veríme, že navrhnutá vysokoškolská učebnica pomôže študentom lepšie porozumieť metódam z organickej chémie a poskytne im základné vedomosti a zručnosti pre bezpečnú a úspešnú prácu v chemickom laboratóriu.

autorky

V Nitre, 18.01.2024

1 Bezpečnosť práce a ochrana zdravia v chemickom laboratóriu

1.1 Bezpečnosť práce v chemickom laboratóriu

Každý študent je povinný mať pri práci v chemickom laboratóriu minimálne základné znalosti o nebezpečí, ktoré vyplýva z práce, ktorú vykonáva v laboratórnych priestoroch.

V chemickom laboratóriu môže nastať nebezpečenstvo:

- požiaru;
- výbuchu;
- poranenia.

Prioritnou zásadou študenta chémie je robiť všetko pre to, aby sa nebezpečenstvu predišlo. Ak vznikne nebezpečenstvo, tak je potrebné vykonať také opatrenia, aby poškodenie zdravia bolo čo najmenšie. S používaným materiálom, chemickými látkami a zmesami, či prístrojmi je potrebné pracovať s čo najväčšou opatrnosťou.

V chemickom laboratóriu je potrebné počas laboratórnych cvičení používať *osobné ochranné pracovné pomôcky (OOPP)*:

- laboratórny plášť,
- ochranné okuliare, resp. ochranný štít,
- rukavice.

Všeobecné pravidlá platné v chemickom laboratóriu

V laboratóriách je prísne zakázané:

- jesť, piť,
- fajčiť,
- pipetovať chemické látky ústami,
- vdychovať a ochutnávať chemické látky,
- mať uložené osobné veci,
- používať laboratórne nádoby na prípravu jedál a nápojov, používať sušiareň na sušenie potravín,
- uskutočňovať nepovolený experiment, resp. experiment so zmenou chemických látok bez súhlasu pedagóga.

Pri práci s elektrickými spotrebičmi, vodou a plynom je potrebné vždy po skončení cvičenia uzavrieť energie. Poruchy na elektrických spotrebičoch je potrebné obratom hlásiť vyučujúcemu (pedagógovi). Spotrebiče s poruchou sa nesmú nepoužívať.

Pri podozrení, že v chemickom laboratóriu dochádza k úniku plynu sa nesmie zapínať elektrické svetlo, elektrické spotrebiče ani otvárať plyn. Nepoužíva sa ani telefón pre nebezpečenstvo iskrenia. Ihneď je potrebné otvoriť všetky okná a uzavrieť hlavný prívod plynu. Je potrebné informovať pedagóga o úniku plynu a pri dodržaní všetkých bezpečnostných opatrení čo najskôr opustiť priestor laboratória.

V chemickom laboratóriu sa pracuje s *chemickými látkami* ako aj *pracovnými predmetmi (pomôckami)*, či *laboratórnym náradím*, ktoré môžu byť zo **skla, porcelánu, kovu, dreva, plastov a papiera**.

Práca s chemickými látkami

➤ **Skladovanie**

Na uskladnenie chemických látok a zmesí sú určené nádoby s vhodným uzáverom, ktoré sú označené presným názvom. Je nutné, aby na nádobách chemických látok boli uvedené nasledovné údaje: *názov, chemická čistota, koncentrácia, dátum prípravy a priezvisko osoby, ktorá roztok pripravila*.

Chemické látky a zmesi, ktoré sa nachádzajú v laboratóriu by mali byť v pracovnom priestore iba v obmedzenom množstve. Často sú to nebezpečné chemikálie, ktoré sú: *horľavé, výbušné, toxické, prípadne s leptavými účinkami*.

Pre uloženie horľavých kvapalín by mal byť v chemickom laboratóriu zabezpečený vhodný priestor na skladovanie – *kovová skrinka*. V chemickom laboratóriu možno mať celkom 10 l horľavín I. triedy (bod vzplanutia do 21 °C; napr.: etanol, metanol, benzín, toluén, a iné), uložených v 5 litrových nádobách naplnených do 90 % objemu (okrem éteru, v jeho prípade sa fľaše plnia doplna). Nádoby s horľavinami musia mať označenie obsahu a nezmazateľný nápis „horľavá kvapalina“.

➤ **Váženie, meranie**

Chemikálie sa pipetujú výlučne pipetou s pomocou balónika. Na ich odmeriavanie sa používa len kalibrovaný odmerný valec, byreta alebo bezpečnostná pipeta. Otvory skúmaviek a ostatných nádob treba vždy pri práci držať v smere do voľného priestoru. Pri zohrievaní látok sa zohrievaná kvapalina umiestňuje, resp. drží tak, aby v prípade vyprsknutia kvapaliny

nezasiahla nielen nás, ale ani našich spolužiakov. Pri zohrievaní kvapaliny do bodu varu sa používajú varné kamienky, aby sa zabránilo vzniku utajeného varu.

Práca so sklom

So sklom je potrebné manipulovať veľmi opatrne a bez použitia násilia. Odporúča sa používať ochranné rukavice. Pri práci so sklenenou aparátúrou je potrebné používať ochranné okuliare alebo priehľadný ochranný štít. Použité sklenené nádoby treba veľmi pozorne vyberať na prácu, nesmú byť poškodené alebo prasknuté. Napríklad pri zahrievaní reakčnej zmesi vo varnej banke sa môže stať, že varná banka praskne. Sklenené črepiny je v laboratóriu potrebné pozametáť a drobné úlomky postierať mokrou handrou. Rozbité sklo sa dáva do *odpadovej nádoby určenej na sklo*.

Sklenené nádoby je potrebné vyčistiť okamžite po použití. Najprv ich vypláchneme prúdom vody za použitia čistiacich kefiek, kedy ich zbavíme chemických látok, ktoré sú na ich povrchu. Až potom môžeme použiť čistiace prostriedky hlavne vtedy, ak mechanické vyčistenie nie je účinné. Na čistenie veľmi znečisteného skla je možné použiť kyselinu chrómsírovú. Pri čistení skla kyselinou chrómsírovou sa musia dodržiavať zásady BOZP a používať ochranné rukavice a štít. Umyté sklenené nádoby po vyčistení kyselinou chrómsírovou viackrát opláchneme destilovanou vodou. Sklo sa po vyčistení a premytí vodou necháva odtiecť a vysušiť na vopred určenom mieste. Neutierame ho!

Práca s porcelánom

Porcelán má vyššiu chemickú a mechanickú odolnosť v porovnaní so sklom. Porcelán neznáša náhle zmeny teploty, preto je potrebné zahrievať chemické pomôcky z porcelánu pomaly. V porcelánových miskách možno zahrievať aj látky v tuhom skupenstve, kvapaliny odparujeme na vodnom kúpeli.

Porcelán sa čistí podobne ako sklo.

Práca s kovovými pracovnými predmetmi

K materiálom bežne používaným v chemickom laboratóriu patria predmety zo železa a jeho zliatin, medi, mosadze, niklu a hliníka. Zriedkavo sa používajú nádoby z platiny. Železo a jeho zliatiny patria medzi najrozšírenejšie kovové materiály v chemickom laboratóriu.

Pri zostavovaní aparátúr treba použiť len vhodný kovový materiál. Napríklad železo a meď sa nemôže používať v prítomnosti kyselín, fenolov alebo acetylénu. Benzén zase nesmie prísť do kontaktu so železom a hliníkom. V platinových nádobách sa nemajú taviť hydroxidy

a peroxidy alkalických kovov a nesmie sa ani zohrievať väčšina zmesí kyselín. Platina je veľmi dobre odolná voči kyselinám, s výnimkou lúčavky kráľovskej. Platinovému náradiu škodia aj ľahko redukovateľné organické zlúčeniny.

Práca s pracovnými predmetmi z iných materiálov

- korok

Pre jeho pórovitosť ho nemožno použiť pri zostavovaní vákuových aparátúr. Korok neprepúšťa plyny ani kvapaliny a je pritom značne pružný. Korok je málo odolný voči pôsobeniu halogénov, koncentrovanej kyseliny dusičnej, kyseliny sírovej a horúcim alkalickým roztokom.

- guma

Guma sa opotrebováva oveľa viac ako korok. Gumové zátky sa vrtajú oveľa ťažšie v porovnaní s korkovými (korkovrty musia byť veľmi ostré a kĺzavosť je vhodné zvýšiť použitím glycerolu alebo mydlovej vody).

- plastické látky

Zmäkčený polyvinylchlorid (PVC) slúži na výrobu hadíc.

Polyetylén (PE) je veľmi stály voči chemickým činidlám (kyselinám, zásadám) aj niektorým ďalším chemikáliám. V polárnych rozpúšťadlách sa prakticky nerozpúšťa.

Pre vodnú paru je nepriepustný, ale kyslík, oxid uhličitý a aromatické zlúčeniny prepúšťa. Nevýhodou polyetylénu je, že ho možno použiť len do teploty 80 °C.

Termicky a chemicky vysokostabilnou látkou je polytetrafluóretylén (teflón). Termicky je stabilný do teploty viac ako 300 °C a spoľahlivo odoláva koncentrovanej kyseliny sírovej, kyseliny dusičnej, kyseliny fluorovodíkovej a hydroxidom alkalických kovov.

- papier

Na filtráciu sa v laboratóriách používa najčastejšie filtračný papier, ktorý sa dodáva vo forme hárkov, prípadne ako skladané filtre, kruhové filtračné papiere s rôznou veľkosťou pórov. Filtračný papier sa používa aj na sušenie anorganických alebo organických preparátov.

- drevo

Bežné je používanie drevených stojanov na pipety a na skúmavky. Drevo sa používa len ako pomocný materiál.

Zásady bezpečnej práce s chemickými látkami a chemickými zmesami

➤ **Digestor**

Digestor je samostatne oddelený pracovný priestor v chemickom laboratóriu, ktorý umožňuje prácu so škodlivými látkami v laboratórnom priestore. Má zabezpečené odsávanie vzduchu vrátane filtrácie odsávaného vzduchu cez chemický filter a jeho vývod je mimo miestnosti. Vykonávajú sa v ňom všetky práce s látkami prchavými, škodlivými, výbušnými a horľavými. V laboratóriách, kde sa pracuje s agresívnymi chemikáliami by sa nemali uskladňovať citlivé prístroje (analytické váhy).

➤ **Kyseliny a bázy (hydroxidy)**

Pri riedení koncentrovaných kyselín (H_2SO_4 , HCl , HNO_3) sa prilievajú vždy kyseliny za stáleho miešania a chladenia do vody, nikdy nie opačne! Chemikálie sa z veľkých nádob vždy odlievajú do menších za dodržania všetkých bezpečnostných pravidiel a zásad. Roztoky hydroxidov sa pripravujú tiež pridávaním hydroxidu do vody v malých množstvách a za stáleho miešania, príp. aj chladenia.

➤ **Horľavé látky**

Pri práci s horľavinami je vysoká pravdepodobnosť vzniku nebezpečenstva požiaru. Nemalo by sa preto s nimi pracovať v blízkosti otvoreného ohňa: pri otvorenom plameni; pri telesách, ktorých časti sa zohrievajú na vysokú teplotu (variče) a ani pri telesách, ktoré sú zdrojom iskrenia (elektromotory, zvonček).

Každý študent by mal byť na začiatku cvičenia oboznámený s umiestnením hasiaceho prístroja a jeho spôsobom použitia.

➤ **Odpady**

Do odpadov v laboratóriu nie je dovolené vylievať žieraviny, horľaviny a iné nebezpečné látky. Do výlevky umývadla sa tiež nesmú vhadzovať pevné predmety (napr.: zápalky, filtre, štítky od fliaš). V obmedzenom množstve a dostatočne zriedené (1:10 a viac) sa

do odpadového potrubia môžu len výnimočne vylievať rozpúšťadlá miešateľné s vodou. Kyseliny a zásady (0,5 l naraz) musia byť zriedené v pomere 1 : 30.

Organické rozpúšťadlá sa po použití nesmú vylievať do výlevky. Zlievajú sa do vopred určených zberných nádob s označením.

1.2 Klasifikácia chemických látok

➤ Horľavé látky

Organické látky sú väčšinou horľavé látky, ktoré môžeme rozdeliť podľa ich teploty vzplanutia do tried nebezpečnosti nasledovne (Vyhláška MV SR č. 96/2004 Z. z.):

1. trieda - látky s teplotou vzplanutia do 21 °C, *napr.:* benzín, metanol, etanol, dietyléter, metylacetát, etylacetát, toluén.

2. trieda - látky s teplotou vzplanutia do 55 °C, *napr.:* petrolej, lakový benzén, plynový olej, cyklohexanón.

3. trieda - látky s teplotou vzplanutia do 100 °C, *napr.:* niektoré alkoholy, pohonné a vykurovacie oleje, nafta.

4. trieda - látky s teplotou vzplanutia do 250 °C, *napr.:* nitrobenzén, anilín.

➤ Výbušniny

Výbušniny môžeme rozdeliť podľa skupenstva na:

a) plyné – látky, ktoré sú veľmi náchylné na výbuch pri práci s otvoreným ohňom alebo pri iskrení. *Napr.* metán, etán, propán, bután, vodík, výpary kvapalných látok.

b) kvapalné – horľaviny, ktoré sa zohrejú na vysokú teplotu.

c) pevné – látky, ktoré pri dodaní určitej energie (tepelnej, pohybovej, alebo tlakovej) vybuchnú.

S výbušninami je potrebné pracovať opatrne s použitím ochranných rukavíc na rukách a so štítom na tvári.

Pri manipulácii s nimi je nevyhnutné dodržiavať bezpečnostné predpisy ako pri horľavinách.

Výbuch alebo požiar môžu však spôsobiť aj látky, ktoré nie sú samy o sebe nebezpečné. Keď však s niečím zreagujú môžu sa stať nebezpečnými.

➤ **Jedy**

Jedy sa rozdeľujú do dvoch skupín:

1. **Obzvlášť nebezpečné jedy (ONJ)** – sú životu nebezpečné už pri malom množstve: od niekoľko molekúl až po niekoľko miligramov. S týmito jedmi sa pracuje za prísnych bezpečnostných podmienok v miligramových množstvách.

Napríklad: butoxín, zlúčeniny HCN, dioxín, zlúčeniny Pb, fenylydrazín, zlúčeniny Hg.

2. **Ostatné jedy (OJ)** - s týmito jedmi pracujeme v ochranných rukaviciach. Pri práci nejeme ani nepijeme.

Napríklad: zlúčeniny dusitanov, 2,4-dinitrofenol, zlúčeniny fluoridov, 1,2-etàndiol, zlúčeniny fluorokremičitanov, kyselina šľaveľová, zlúčeniny jodičnanov, chlórmetán, nitrobenzén, oxalylchlorid, sulfurylchlorid, tetrachlórmetán, tionylchlorid, 2,4,6 - trinitrofenol.

➤ **Nebezpečné chemické látky a nebezpečné chemické zmesi**

Kategórie nebezpečných chemických látok a nebezpečných chemických zmesí:

- a) výbušné látky a zmesi;
- b) oxidujúce látky a zmesi;
- c) mimoriadne horľavé látky a zmesi;
- d) veľmi horľavé látky a zmesi;
- e) horľavé látky a zmesi;
- f) veľmi toxické látky a zmesi;
- g) toxické látky a zmesi;
- h) škodlivé látky a zmesi;
- i) žieravé látky a zmesi;
- j) dráždivé látky a zmesi;
- k) senzibilizujúce látky a zmesi;
- l) karcinogénne látky a zmesi;
- m) mutagénne látky a zmesi;
- n) látky a zmesi poškodzujúce reprodukciu;
- o) látky a zmesi nebezpečné pre životné prostredie.

Látky a zmesi uvedené pod f) až n) môžu spôsobiť smrť, krátkodobé, dlhotrvajúce alebo opakujúce sa poškodenie zdravia, ak sú vdychované, požité alebo absorbované pokožkou.

Látky a zmesi uvedené pod o) môžu predstavovať okamžité alebo neskoršie nebezpečenstvo pre jednu alebo viac zložiek životného prostredia. Zoznam nebezpečných látok s predpísanou klasifikáciou ustanovuje príloha č. 1 výnosu MH SR č. 2/2002 (v EÚ ako Annex I to Directive 67/548/EC).

Chemický zákon - zákon NR SR č. 67/2010 Z. z. o podmienkach uvedenia chemických látok a chemických zmesí na trh a o zmene a doplnení niektorých zákonov upravuje podmienky týkajúce sa ich uvedenia na trh na území Slovenskej republiky bol prijatý s cieľom zabezpečiť vysokú úroveň ochrany zdravia ľudí a životného prostredia pred rizikami spojenými s chemickými látkami. Chemický zákon je dôležitým právnym nástrojom na reguláciu chemických látok a zmesí na Slovensku s cieľom zabezpečiť bezpečnosť a ochranu zdravia a životného prostredia. Je založený na princípoch a smerniciach Európskej únie v oblasti chemických látok. Je dôležité dodržiavať jeho ustanovenia pri výrobe, dovoze a distribúcii chemických látok a zmesí na trhu na Slovensku.

Hlavné ustanovenia Chemického zákona sú nasledovné:

- *Definície:* Zákon definuje chemické látky, chemické zmesi, výrobcov, dovozcov, distribútorov a iné relevantné pojmy.
- *Registrácia a hodnotenie:* Výrobcovia a dovozcovia chemických látok a chemických zmesí musia registrovať tieto látky a zmesi na príslušnom úrade. V nadväznosti na to výrobcovia a dovozcovia musia preukázať, že tieto látky a zmesi sú hodnotené z hľadiska ich nebezpečnosti.
- *Klasifikácia a označovanie:* Chemické látky a zmesi musia byť klasifikované a označené podľa harmonizovaných pravidiel a kritérií. Uvedené informácie musia byť zreteľne uvedené na etiketách a v KBÚ, ktoré sú súčasťou a sprevádzajú chemické látky a zmesi.
- *Bezpečnostné informácie:* Výrobcovia, dovozcovia a distribútori musia poskytnúť dostatočné bezpečnostné informácie o chemických látkach a zmesiach, aby bolo možné správne zaobchádzať s týmito látkami a zmesami a minimalizovať tak riziká pre ľudí a životné prostredie.

- *Obmedzenia a zákazy:* Chemický zákon stanovuje obmedzenia a zákazy týkajúce sa vybraných chemických látok a zmesí. Tieto obmedzenia a zákazy sa týkajú chemických látok a zmesí, ktoré sú považované za nebezpečné pre zdravie ľudí alebo životné prostredie.
- *Príprava na mimoriadne udalosti:* Zákon vyžaduje, aby výrobcovia, dovozcovia a distribútori vypracovali plány na riešenie mimoriadnych udalostí, ktoré sa môžu vzniknúť v súvislosti s chemickými látkami a zmesami.
- *Monitorovanie a kontrola:* Úrady majú právomoc monitorovať a kontrolovať dodržiavanie Chemického zákona. Majú právo vykonávať potrebné opatrenia na presadzovanie predpisov a sankcií v prípade ich nedodržania, alebo porušenia.

1.3 Prvá pomoc

Vedúcemu cvičenia (pedagógovi) je potrebné nahlásiť každý úraz, ku ktorému príde počas laboratórneho cvičenia. Každý úraz musí byť zaznamenaný v knihe úrazov.

- **Zhodnotenie stavu:** je potrebné zistiť, či postihnutý reaguje a rýchlo a správne zhodnotiť rozsah a stav poranení. Ak je to nevyhnutné, tak okamžite vykonávame resuscitáciu.
- **Privolanie pomoci:** Volajúci musí byť pripravený odpovedať na nasledovné otázky:
 - miesto príhody, presná adresa alebo opis terénu,
 - telefónne číslo, z ktorého sa volá a meno volajúceho,
 - čo sa stalo (srdcová príhoda, autonehoda, iný úraz),
 - koľko osôb potrebuje pomoc,
 - stav postihnutého, ak je postihnutých viac je potrebné zistiť, v akom sú stave,
 - aký druh pomoci bol už poskytnutý,
 - ďalšie informácie, ktoré však len zdanlivo nemusia byť dôležité.

Volajúci má skončiť telefónny rozhovor ako posledný.

Prvá pomoc - pomoc pri úrazoch:

Poskytnutie prvej pomoci si vyžaduje, aby sme zachovali pokoj a rozvahu. Pred poskytnutím prvej pomoci je dôležité zabezpečiť vlastnú *bezpečnosť*. Uistite sa, že okolie je bezpečné a odstráňte postihnutého z nebezpečnej situácie, ak je to možné. Dbajte pritom na to, aby ste sa sami nevystavili nebezpečenstvu. Pri ošetrovaní musíme ovládať základné pravidlá poskytovania prvej pomoci, ktoré uplatňujeme podľa toho, aký úraz vznikol.

Sú to:

- a) **mechanické poranenia,**
- b) **popáleniny,**
- c) **poleptania,**
- d) **otravy.**

Mechanické poranenia môžu spôsobiť ostré predmety. Menšie odreniny utierame sterilnou gázou, dezinfikujeme peroxidom vodíka. Rana by mala voľne zaschnúť. Bodné a rezné rany, ktoré vznikli hlbším vniknutím do pokožky, obviažeme sterilnou hydrofilnou gázou. Ranu by mal ošetriť lekár, najmä ak nemáme istotu, či v rane nezostali črepiny, úlomky skla, prípadne hrubé nečistoty. Málo krvácajúce a nekrvácajúce rany po dezinfekcii (vodou, peroxidom vodíka) obviažeme sterilným obvazom.

Krvácanie z tepny

Prejavuje sa prudkým krvácaním alebo striekaním krvi z rany. Prívodná tepna sa zatlačí hrubšou vrstvou obväzu alebo poskladanou sterilnou gázou. Zraneného musí čo najskôr ošetriť lekár.

Zranenie oka

Po vniknutí chemikálie do oblasti očí, ak je to možné, chemikáliu odsať sacím materiálom (napr. papierovou vreckovkou) a oči následne vyplachovať miernym prúdom tečúcej vody. Následne vyhľadáme lekársku pomoc.

Popáleniny môže spôsobiť plameň kahana, rozliata horľavá látka, rozpálený kovový (železný kruh) alebo sklenený predmet. Môžeme sem zaradiť aj obareniny, ktoré vzniknú poliatím vriacou vodou alebo inou kvapalinou. Každú popáleninu chladíme pod vlažnou tečúcou vodou. Po ochladení môžeme na ranu priložiť hydrogélkový obväz na popáleniny. Ranu je vhodné chladiť nie ľadovou, ale vlažnou vodou a určite nepotierame ranu žiadnou masťou.

Poleptania kyselinami alebo zásadami

Pri poleptaní je postihnuté miesto potrebné opláchnuť ihneď čo najväčším množstvom vody. Pri poleptaní kyselinou alebo zásadou by malo byť oplachovanie trvajúce aspoň 15-20 minút. Toto opláchnutie pomáha zriediť a zmierniť účinky chemikálií na pokožku. Pri poleptaní kyselinami sa používa zneutralizovanie 1 % roztokom hydrogenuhličitanu sodného a pri poleptaní zásadami 1 % roztok kyseliny octovej alebo citrónovej. Po opláchnutí postihnutého miesta a odstránení kontaminovaného oblečenia pokryte postihnutú oblasť suchým sterilným obväzom alebo uterákom. Neaplikujte žiadne masti alebo krémy. Okamžite kontaktujte zdravotnícke zariadenie, sanitku alebo linku prvej pomoci a poskytnite im informácie o stave postihnutého a úraze, ako aj o tom, čo sa stalo.

Je dôležité si uvedomiť, že poskytovanie prvej pomoci pri poleptaní kyselinami alebo zásadami je mimoriadne vážne. Postihnutý by mal byť čo najskôr ošetrovaný v zdravotníckom zariadení.

Pri otrave nadýchnutím je potrebné dostať postihnutého hneď na čerstvý vzduch a v prípade *požitia* sa nikdy nesnažiť vyvolať zvracanie. Vyhládame lekársku pomoc.

V každom laboratóriu je príručná lekárnička, umiestená na prístupnom a viditeľnom mieste. Jej obsah sa pravidelne kontroluje a dopĺňa.

1.4 Príprava na laboratórne cvičenie

Príprava na laboratórne cvičenie tvorí neoddeliteľnú súčasť každého cvičenia vykonávaného v laboratóriu. Študent by mal prísť na laboratórne cvičenie pripravený a byť oboznámený s úlohami a prístrojmi, s ktorými bude pracovať. Pred uskutočnením experimentu je potrebné si vopred urobiť prípravu na cvičenie a v nej postupnosť jednotlivých krokov.

Počas laboratórneho cvičenia je dôležité si správne viesť podrobný a pravdivý zápis pozorovania chemických experimentov. Každý študent by si mal viesť záznam o vykonanom experimente, ktorý je podkladom pre napísanie protokolu. Počas samotného experimentu môže prísť aj k zmenám. Experimenty sú ovplyvnené rôznymi faktormi, ktoré súvisia s ich priebehom reakcie, ale aj možnosťami vybavenia chemického laboratória. Dobrá a kvalitná domáca príprava je základom každej práce.

➤ **Protokol**

Je písomný dokument, ktorý hovorí o vykonanej práci. Môže byť napísaný ručne alebo s pomocou počítača. Protokol by mal obsahovať nasledovné časti:

- úvodná stránka s hlavičkou (univerzita, fakulta, študijný program a odbor, ročník)
- názov laboratórnej práce;
- meno a priezvisko, dátum cvičenia;
- cieľ experimentu;
- teoretický úvod;
- reakčné schémy a chemické rovnice;
- použité pomôcky, chemikálie a prístroje;
- základné výpočty (ak sú potrebné);
- pracovný postup;
- nákres aparatury;
- pozorovanie;
- experimentálne výsledky;
- diskusia;
- záver;
- použitá literatúra.

Hlavná časť má byť založená na pozorovaniach a výsledkoch, ktoré boli získané počas chemického experimentu. Protokol by nemal obsahovať gramatické chyby a preklepy. Je výsledkom práce študenta a ukážkou jeho vedomostí, získaných zručností, ale aj dôslednosti v domácej príprave.

1.5 Karta bezpečnostných údajov

Karta bezpečnostných údajov (KBÚ) obsahuje súhrn identifikačných údajov o podnikateľovi, o nebezpečnej chemickej látke alebo o nebezpečnej chemickej zmesi a údajov potrebných na ochranu života a zdravia ľudí a životného prostredia.

KARTA BEZPEČNOSTNÝCH ÚDAJOV

podľa nariadenia (ES) č. 1907/2006

Verzia 8.8
Dátum revízie 28.03.2023
Dátum tlače 29.03.2023

ODDIEL 1: Identifikácia látky/zmesi a spoločnosti/podniku

1.1 Identifikátory výrobku

Názov výrobku : Etanol absolútny, pre analýzu EMSURE®
ACS, ISO, Reag. Ph Eur

Katalógové číslo : 1.00983
Značka : Millipore
Indexové č. : 603-002-00-5
č. REACH : 01-2119457610-43-XXXX
Č. CAS : 64-17-5

1.2 Relevantné identifikované použitia látky alebo zmesi a použitia, ktoré sa neodporúčajú

Identifikované použitia : Reagencia pre analýzu, Chemická výroba

1.3 Údaje o dodávateľovi karty bezpečnostných údajov

Spoločnosť : Merck Life Science spol.s.r.o
Dvořákovo nábřeží 4
SK-811 08 BRATISLAVA
Telefón : +421 2 5557-1562
Číslo faxu : +421 2 5557-1564
E-mailová adresa : TechnicalService@merckgroup.com

1.4 Núdzové telefónne číslo

Núdzový telefón : +(421)-233057972(CHEMTREC)
+421 254774166/911166066
(Národné toxikologické informačné centrum)

ODDIEL 2: Identifikácia nebezpečnosti

2.1 Klasifikácia látky alebo zmesi

Klasifikácia podľa Nariadenia (ES) č.1272/2008

Horľavé kvapaliny (Kategória 2), H225
Podráždenie očí (Kategória 2), H319

Plný text H-údajov uvedených v tomto oddieli viď oddiel 16.

2.2 Prvky označovania

Značenie podľa Nariadenia (ES) č.1272/2008

Piktogram



Obrázok 1. Karta bezpečnostných údajov – ukážka (Zdroj:

<https://www.sigmaaldrich.com/SK/sk/sds/mm/1.00983>)

KBÚ obsahuje:

- obchodné meno, sídlo a identifikačné číslo právnickej osoby alebo meno, priezvisko a trvalý pobyt fyzickej osoby, ktorá uvádza nebezpečnú chemickú látku alebo nebezpečnú chemickú zmes na trh,
- názov nebezpečnej chemickej látky alebo názov nebezpečnej chemickej zmesi a informáciu o jeho zložkách a komponentoch,
- identifikáciu vlastností nebezpečnej chemickej látky alebo nebezpečného chemickej zmesi,
- pokyny pre prvú pomoc,
- protipožiarne opatrenia, opatrenia pri zdolávaní požiaru,
- opatrenia pri úniku, mimoriadnych situáciách a haváriách,
- požiadavky na nakladanie a skladovanie,
- požiadavky na ochranu osôb pred expozíciou,
- informácie o fyzikálnych a chemických vlastnostiach,
- informácie o stabilite a reaktivite,
- informácie o toxicite,
- ekologické informácie,
- podmienky zneškodňovania,
- podmienky prepravy,
- regulačné informácie pozostávajúce z povinnosti uviesť na nálepke (etikete, štítku) základné informácie o klasifikácii, balení a označovaní a či ich používanie je obmedzené,
- ďalšie informácie.

V KBÚ môžu byť uvedené ďalšie špecifické podmienky skladovania chemickej látky, chemickej zmesi, napr. jej umiestnenie v samostatnej vyvýšenej priehradke, teplotný rozsah ovzdušia a pod.

Výstražné upozornenie

*Poznámka (Dostupné na: <https://www.msds-europe.com/sk/vystrazne-upozornenie/>)

Vety nebezpečnosti a preventívne vety sú kodifikované pomocou jedinečného alfanumerického kódu zloženého z jedného písmena a troch číslíc nasledovne:

- Písmeno „H“ znamená skratka „*hazard statement – výstražné upozornenie*“. Vety o nebezpečnosti realizované prostredníctvom DSD a DPD, avšak nezahrnuté v GHS, sú kodifikované ako „EUH“,
- číslo označujúce typ nebezpečenstva, napr. „2“ pre fyzické nebezpečenstvo,
- dve čísla zodpovedajúce poradovému číslu nebezpečenstva, napr. výbušnosť (kódy od 200 do 210), horľavosť (kódy od 220 do 230),... atď.

Označenia však tiež musia byť vybavené príslušnými vetami o nebezpečnosti popisujúcimi povahu a vážnosť nebezpečnosti vašej látky alebo zmesi (CLP článok 21).

Vety o nebezpečnosti pre každú konkrétnu klasifikáciu nebezpečenstva sú uvedené v tabuľkách v časti 2 až 5 prílohy I CLP. Pokiaľ je klasifikácia vety harmonizovaná a zahrnutá v časti 3 prílohy VI CLP, na označení sa používajú zodpovedajúce vety o nebezpečnosti patriace k tejto klasifikácii spolu so všetkými ďalšími vetami o nebezpečnosti pre neharmonizovanú klasifikáciu.

Príloha III CLP uvádza znenie viet o nebezpečnosti na označeniach. Vety o nebezpečnosti z jedného jazyka musia byť na označení uvedené spoločne s preventívnymi vetami z toho istého jazyka.

Zoznam výstražných upozornení obsahuje nové alebo modifikované ustanovenia, ktoré sú podľa nariadenia Komisie (EÚ) č. 2019/521 platné od 17. októbra 2020 (Príloha 1).

Bezpečnostné upozornenie

*Poznámka (Dostupné na: <https://www.msds-europe.com/sk/bezpecnostne-upozornenie-p>)

Vety nebezpečnosti a preventívne vety sú kodifikované pomocou jedinečného alfanumerického kódu zloženého z jedného písmena a troch číslíc nasledovne:

- Písmeno „P“ (skratka „precautionary statement – bezpečnostné upozornenie“). Vety o nebezpečnosti realizované prostredníctvom DSD a DPD, avšak nezahrnuté v GHS, sú kodifikované ako „EUH“,
- číslo označujúce typ nebezpečenstva, napr. „2“ pre fyzické nebezpečenstvo,
- dve čísla zodpovedajúce poradovému číslu nebezpečenstva, *napr.* výbušnosť (kódy od 200 do 210), horľavosť (kódy od 220 do 230),... atď.

Označenia obsahujú príslušné preventívne vety (CLP článok 22), ktoré poskytujú rady týkajúce sa opatrení na prevenciu alebo minimalizáciu nepriaznivých vplyvov na zdravie alebo životné prostredie v dôsledku nebezpečnosti vašej látky alebo zmesi. Kompletný zoznam preventívnych viet relevantných pre každú príslušnú klasifikáciu je uvedený v tabuľkách udávajúcich prvky označenia požadovaných pre každú triedu nebezpečnosti v časti 2 až 5 prílohy I CLP.

Preventívne vety musia byť v súlade s článkom 28 a časti 1 prílohy IV CLP. Každý výber musí tiež brať do úvahy použité vety o nebezpečnosti a zamýšľané alebo stanovené použitie látky alebo zmesi. Na označení by sa nemalo uvádzať viac ako šesť preventívnych viet, pokiaľ to nie je nevyhnutné z dôvodu povahy alebo vážnosti nebezpečenstva.

Časť 2 prílohy IV CLP uvádza znenie preventívnych viet, ako je nutné ich uvádzať na označeniach. Na označení sa musia vety o nebezpečnosti uvádzať spolu s preventívnymi vetami v rovnakom jazyku.

Zmeny vo bezpečnostných upozorneniach

Revidovaný zoznam bezpečnostných upozornení obsahuje nové alebo modifikované ustanovenia, označené červenou farbou, ktoré sú podľa nariadenia Komisie (EÚ) č. 2019/521 platné od 17. októbra 2020.

Pre zaistenie konzistentnosti označovania a karty bezpečnostných údajov je dôležité po zmene označenia vykonať tiež aktualizáciu karty bezpečnostných údajov!

Kompletný zoznam bezpečnostných upozornení (platí od 17. októbra 2020) je v Prílohe 2.

Piktogramy nebezpečenstva podľa predpisu CLP

**Poznámka* (Dostupné na: <https://www.msds-europe.com/sk/vystrazny-piktogram/>)

Piktogram nebezpečenstva je obrázkové znázornenie konkrétneho nebezpečenstva. Klasifikácia vašej látky alebo zmesi preto určuje piktogramy nebezpečenstva, ktoré by mali byť uvedené na označení, ako je stanovené v časti 2 (fyzické nebezpečenstvo), 3 (nebezpečenstvo pre zdravie) a 4 (nebezpečenstvo pre životné prostredie) prílohy I CLP (CLP článok 19).

Platnosť piktogramov nebezpečenstva v súlade s konkrétnymi triedami nebezpečenstva a kategóriami nebezpečenstva môžete nájsť v prílohe V CLP.

Piktogram nebezpečenstva na označení

Farba a vzhľad označenia musí umožňovať umiestnenie piktogramu nebezpečenstva a jeho pozadie musí byť jasne viditeľné. Piktogramy nebezpečenstva majú tvar kosoštvorca a musia obsahovať čierny symbol na bielom pozadí s červeným rámčekom (časť 1.2.1 prílohy I CLP).

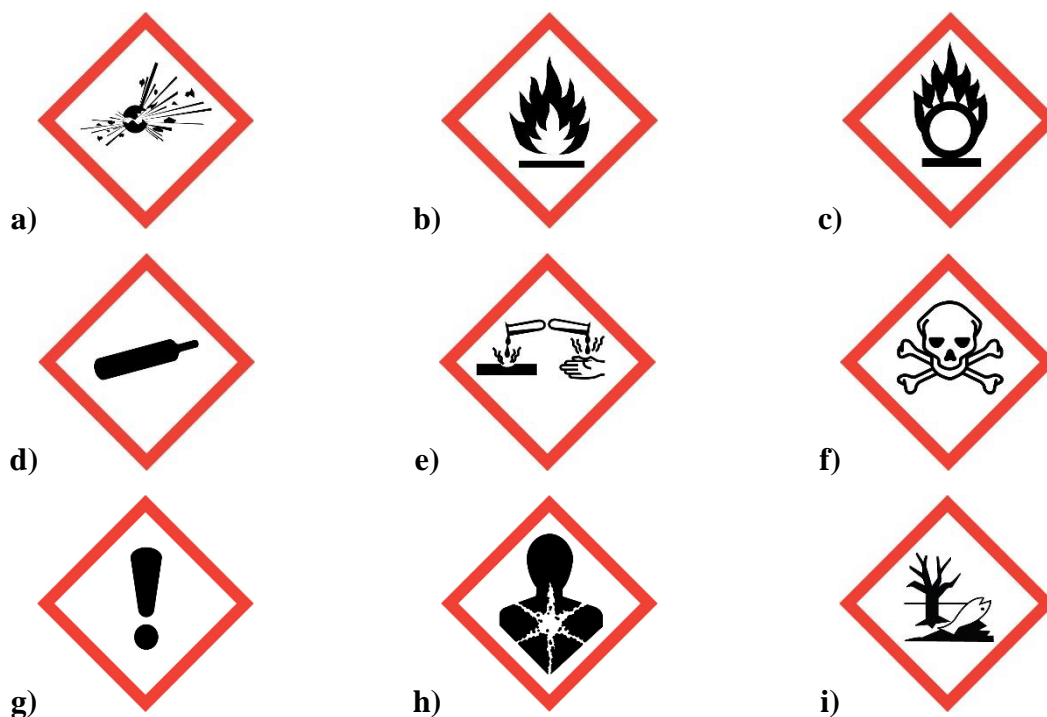
Každý piktogram nebezpečenstva musí pokrývať minimálne jednu pätnástinu plochy harmonizovaného označenia, pričom minimálna plocha nesmie byť menšia ako 1 cm².

Použitie piktogramov nebezpečenstva v rámci postupu klasifikácie CLP

V súlade s článkom 19 smernice (ES) č. 1272/2008 Európskeho parlamentu a Rady z 16. decembra 2008 o klasifikácii, označovaní a balení látok a zmesí a doplňujúce a rušiace smernicu 67/548/EHS a 1999/45/ES sa budú v klasifikácii CLP používať nasledujúce piktogramy nebezpečenstva.

Piktogramy nebezpečenstva CLP:

- a) Vybuchujúca bomba (GHS 01 - výbušné látky);
- b) Plameň (GHS 02 - horľavé látky);
- c) Plameň nad kruhom (GHS 03 - oxidačné látky);
- d) Tlaková nádoba (GHS 04 – plyny pod tlakom);
- e) Korozívnosť (GHS 05 – korozívne a žieravé látky);
- f) Lebka so skríženými kosťami (GHS 06 - toxické látky);
- g) Výkričník (GHS 07 – dráždivé látky);
- h) Nebezpečnosť pre zdravie (GHS 08 – látky nebezpečné pre zdravie);
- i) Nebezpečnosť pre životné prostredie (GHS 09 - látky nebezpečné pre životné prostredie).



Obrázok 2. Piktogramy nebezpečenstva CLP: a) Vybuchujúca bomba (GHS 01 - výbušné látky); b) Plameň (GHS 02 - horľavé látky); c) Plameň nad kruhom (GHS 03 - oxidačné látky); d) Tlaková nádoba (GHS 04 – plyny pod tlakom); e) Korozívnosť (GHS 05 – korozívne a žieravé látky); f) Lebka so skříženými kosťami (GHS 06 - toxické látky); g) Výkričník (GHS 07 – dráždivé látky); h) Nebezpečnosť pre zdravie (GHS 08 – látky nebezpečné pre zdravie); i) Nebezpečnosť pre životné prostredie (GHS 09 - látky nebezpečné pre životné prostredie).

1.6 Charakterizácia východiskových látok v úlohách

Chemické vlastnosti odkazujú na charakteristiky chemických látok a ich správanie sa v rôznych chemických reakciách a pri interakciách s inými látkami.

Chemické vlastnosti môžu zahŕňať:

- **Reaktivitu:** ako ľahko sa látka reaguje s inými látkami a za akých podmienok.
- **Oxidáciu:** schopnosť látky reagovať s kyslíkom, čo môže viesť k vytvoreniu oxidov a iných zlúčenín.
- **Redukciu:** schopnosť látky redukovať iné látky, pričom sa sama oxiduje.
- **Kyslosť alebo zásaditosť:** pH látky určuje, či je kyslá alebo zásaditá.
- **Rozpustnosť:** schopnosť látky rozpúšťať sa v iných látkach.
- **Viskozitu:** ako ľahko látka tečie.

- Výbušnosť: schopnosť látky vybuchnúť za určitých podmienok.
- Toxicitu: potenciálnu nebezpečnosť látky pre ľudské zdravie.
- Stabilitu: ako ľahko sa látka rozkladá alebo mení za rôznych podmienok.

Tieto vlastnosti môžu byť dôležité pre rôzne aplikácie, ako je napríklad vývoj liekov, výroba kozmetiky, priemyselná výroba a mnoho ďalších oblastí.

Fyzikálne vlastnosti sa týkajú charakteristík látky, ktoré súvisia s jej fyzikálnymi vlastnosťami a správaním sa v rôznych fyzikálnych podmienkach.

Fyzikálne vlastnosti látky zahŕňajú:

- Hustotu: hmotnosť látky na jednotku objemu.
- Teplota tavenia a varu: teploty, pri ktorých sa látka mení z tuhej do kvapalnej a následne do plynného stavu.
- Rozpustnosť: schopnosť látky rozpúšťať sa v iných látkach.
- Viskozitu: odolnosť látky proti toku alebo zmene tvaru.
- Pevnosť: schopnosť látky odolať deformácii a zlomu.
- Pružnosť: schopnosť látky vrátiť sa do svojej pôvodnej formy po odstránení deformácie.
- Elektrickú vodivosť: schopnosť látky viesť elektrický prúd.
- Tepelnú vodivosť: schopnosť látky prenášať teplo.
- Index lomu: miera, ako látka lomí svetlo.
- Magnetické vlastnosti: schopnosť látky priťahovať alebo odpudzovať magnetické pole.

Tieto vlastnosti sa môžu líšiť v závislosti od druhu látky a fyzikálnych podmienok, v ktorých sa nachádzajú. Znalosť fyzikálnych vlastností je dôležitá pri návrhu a výrobe produktov a materiálov, ako aj pri riešení technických problémov.

2 Laboratorné sklo, základné aparatóry a výpočty v organickej chémii

2.1 Laboratorné sklo

V chemickom laboratóriu sa používajú rôzne sklené pomôcky a aparatóry. Najčastejšie používané laboratorné sklo v organickom laboratóriu je zobrazené na Obrázku 3.



varná banka



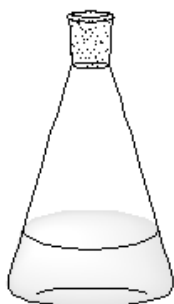
dvojhrdlá banka
s okrúhlym dnom



trojhrdlá banka
s okrúhlym dnom



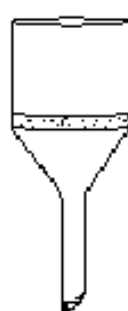
kadička



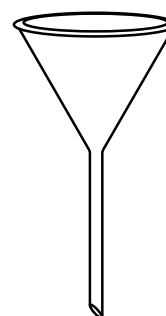
Erlenmeyerova
banka



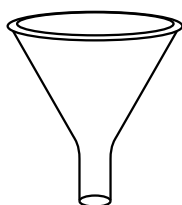
odsávačka



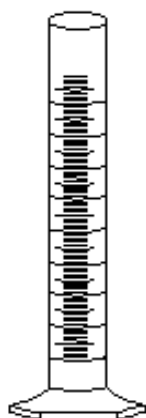
Büchnerov lievik



lievik



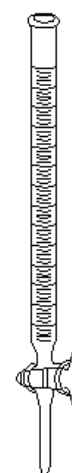
násypka



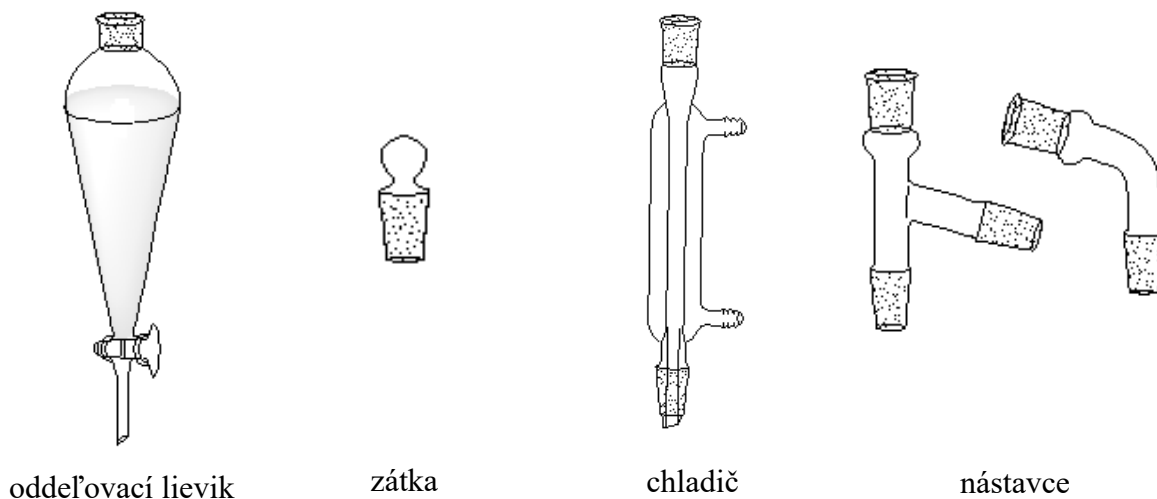
odmerný valec



pipeta



byreta



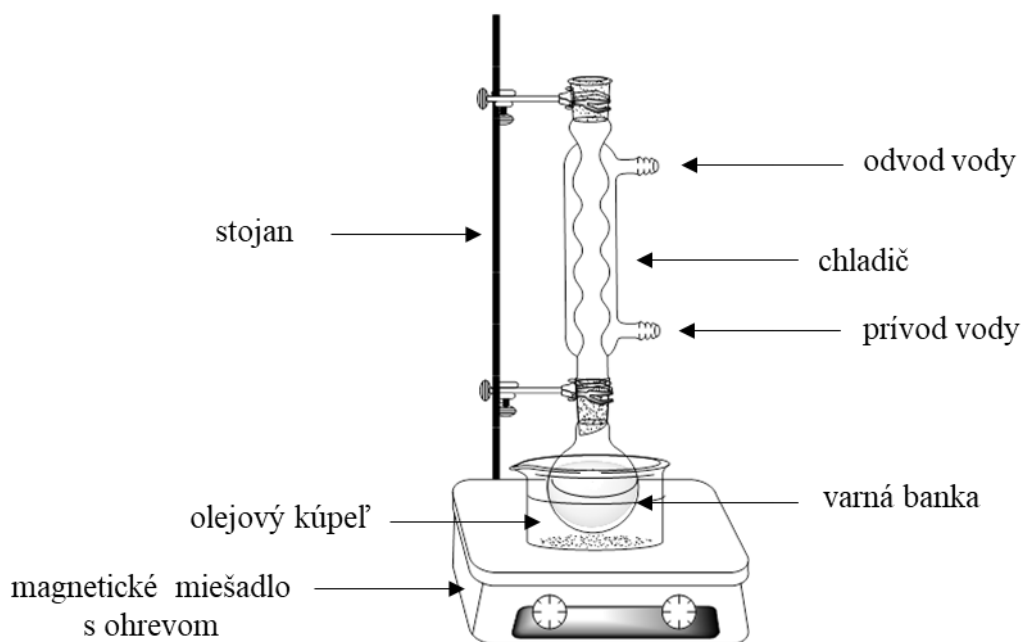
Obrázok 3. Základné laboratórne sklo používané v organickej chémii.

2.2 Základné aparatúry používané v organickej chémii

Aparatúry, ktoré sa používajú v organickom laboratóriu sú zostavené zo sklenených častí, ktoré bývajú spojené zábrusmi. Na upevnenie sa používajú svorky, lapáky, prípadne kruhy. Používané aparatúry musia byť postavené tak, aby boli bezpečné a neunikali z nich pary nebezpečných rozpúšťadiel do ovzdušia.

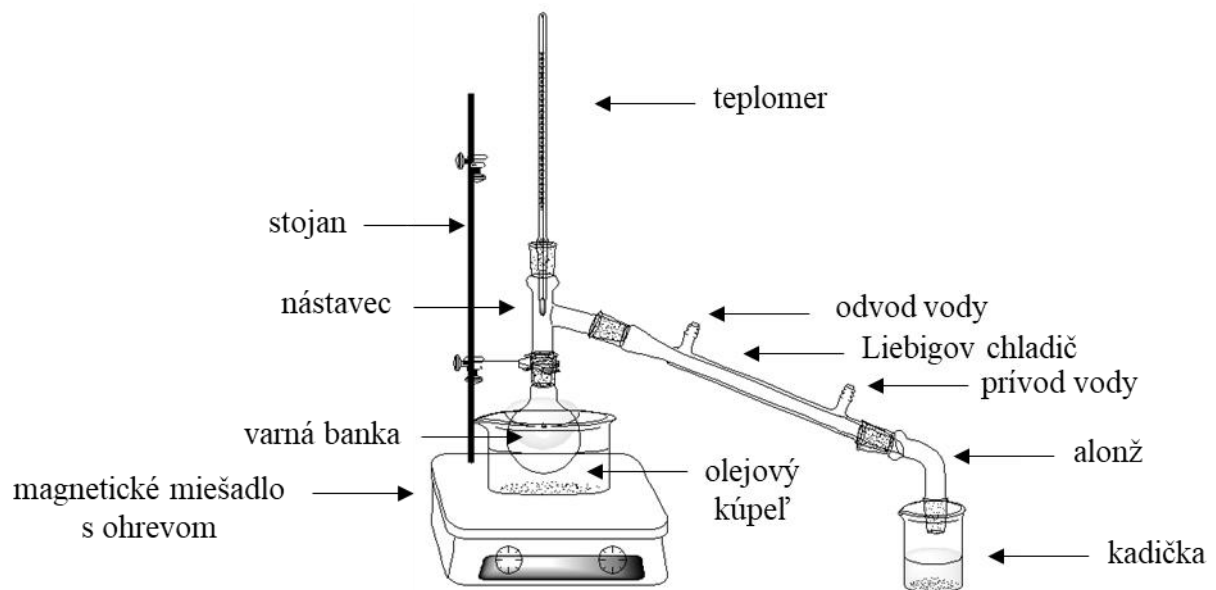
Na Obrázkoch 4 – 8 uvádzame základné aparatúry, ktoré sa používajú v organickom laboratóriu spolu s popisom použitého laboratórneho skla, prípadne iných súčastí.

A) Zahrievanie reakčnej zmesi



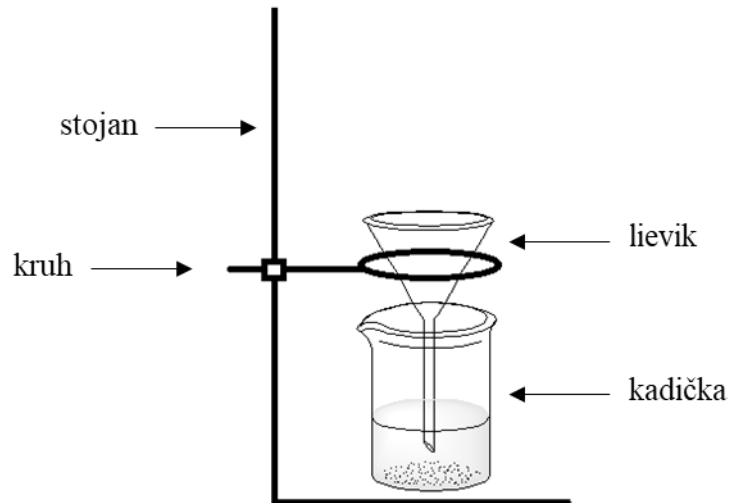
Obrázok 4. Aparatúra na zahrievanie.

B) Jednoduchá destilácia



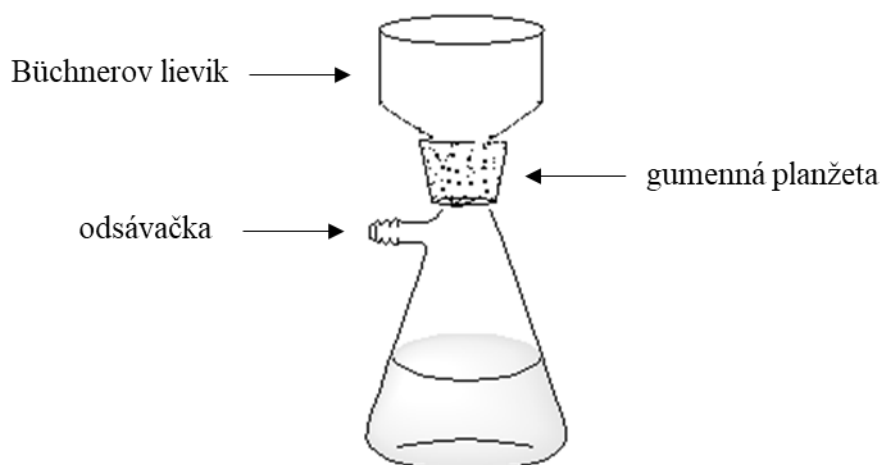
Obrázok 5. Aparatúra na jednoduchú destiláciu.

C) Jednoduchá filtrácia



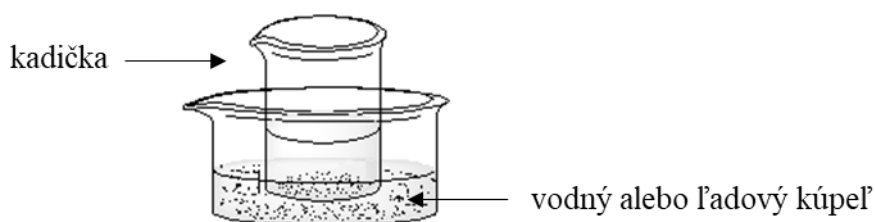
Obrázok 6. Aparatúra na jednoduchú filtráciu.

D) Filtrácia cez Büchnerov lievnik



Obrázok 7. Aparatúra na filtráciu cez Büchnerov lievnik.

E) Chladienie v ľadovom kúpeli



Obrázok 8. Chladienie vo vodnom alebo ľadovom kúpeli.

2.3 Jednoduché výpočty

Základné vzorce používané vo výpočtoch v organickej chémii:

- **Výpočet molekulovej hmotnosti, látkového množstva a hmotnosti**

$$n = \frac{m}{M_m}$$

$$m = n \times M_m$$

$$M_m = \frac{m}{n}$$

n = látkové množstvo vyjadrené v jednotke mol [mol]

m = hmotnosť látky vyjadrená v jednotke gram [g]

M_m = molekulová hmotnosť vyjadrená v jednotke gram / mol [g / mol]

- Výpočet molekulovej hmotnosti, látkového množstva a hmotnosti

$$m = \rho \times V$$

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$\rho = \frac{m}{V}$$

m = hmotnosť látky vyjadrená v jednotke gram [g]

ρ = hustota látky vyjadrená v jednotke gram / dm³ [g / dm³]

V = objem látky vyjadrený v jednotke decimeter kubický [dm³]

- Výpočet relatívneho výt'azku reakcie v organickej chémii

$$Rv = \frac{m_{EXP}}{m_T}$$

Rv = relatívny výt'azok, bezrozmerné číslo

m_{EXP} = experimentálna hmotnosť produktu vyjadrená v jednotke gram [g]

m_T = teoretická hmotnosť produktu vyjadrená v jednotke gram [g]

Výt'azok reakcie sa však v organickej chémii uvádza v percentách [%].

$$Rv = \frac{m_{EXP}}{m_T} \times 100$$

- Celková reakčná schéma a výpočet teoretickej hmotnosti produktu vo všeobecnosti



| | A | B | C |
|-------------------|-----|-----|-----------------------------------|
| M_m [mg / mmol] | 100 | 200 | 150 |
| n [mmol] | 2 | 1 | 1 (limitujúce množstvo) |
| m [mg] | 200 | 200 | 150 m_T |

Uvedené výpočty sú aplikované na organické zlúčeniny v pevnom skupenstve. V prípade, že je východisková látka kvapalina je potrebné urobiť výpočet objemu so zohľadnením hustoty danej látky pri danej teplote (v našom prípade laboratórna teplota).

3 Základné metódy organickej chémie

3.1 Kryštalizácia

Kryštalizácia je metóda, ktorá sa používa na čistenie tuhých látok. Princíp kryštalizácie spočíva v tom, že väčšina látok je rozpustnejšia v horúcom ako v studenom rozpúšťadle.

Proces kryštalizácie pozostáva zo 6 základných krokov:

1. Výber rozpúšťadla
2. Príprava roztoku
3. Odfarbovanie a filtrácia
4. Chladenie a vznik kryštálov
5. Separácia kryštálov
6. Sušenie kryštálov.

Výber rozpúšťadla je jedným z najdôležitejších krokov kryštalizácie, pričom rozpúšťadlo vhodné na kryštalizáciu musí spĺňať určité podmienky, a to:

- nesmie reagovať s kryštalizovanou látkou,
- nečistoty by v ňom mali byť veľmi málo alebo veľmi dobre rozpustné,
- má mať čo najnižšiu teplotu varu,
- nízka cena, toxicita a horľavosť.

Kryštalizovaná látka musí mať tiež dostatočne rozdielnu rozpustnosť v studenom a horúcom rozpúšťadle. Pre polárne látky platí, že sú dobre rozpustné vo vode a v alkoholoch a nepolárne látky v uhlíkovodíkoch, halogénuhlíkovodíkoch, či napríklad éteroch.

Príprava roztoku spočíva v rozpustení látky, ktorú chceme kryštalizovať vo vybranom rozpúšťadle. Rozpustením sa získa nasýtený roztok pri teplote varu rozpúšťadla. Zahrievanie sa uskutočňuje pridaním varného kamienku alebo magnetického miešadielka do varnej banky a zahrievanie sa uskutočňuje pod spätným chladičom. V prípade, že by sa daná látka nerozpustila úplne, je možné práve prostredníctvom chladiča pridať ďalšie množstvo rozpúšťadla bez prerušenia varu.

Rozpúšťaná látka môže byť znečistená farebnými látkami alebo inými nečistotami. **Odfarbovanie** kryštalizovanej látky sa uskutočňuje prerušením varu. Roztok sa nechá mierne ochladnúť a pridá sa k nemu aktívne uhlie. Pri tomto úkone je potrebné pridať nový varný kamienok a zahrievať roztok opäť k varu ešte cca 5 - 10 min. Tento roztok sa za horúca čo

najrýchlejšie **prefiltruje**, čím sa odstránia nerozpustné nečistoty, ktoré zostanú na filtračnom papieri a prechádza sa k ďalšiemu kroku – **chladeniu roztoku a k tvorbe kryštálov**. Cieľom chladenia je získať čo najväčšie množstvo kryštálov látky bez obsahu nečistôt. Ideálne sú stredne veľké kryštály.

Tvorbe kryštálov je možné dopomôcť:

- trením vnútorného povrchu banky sklenou tyčinkou,
- miešaním, či trepaním,
- očkovaním roztoku – prídanie malého kryštálu čistej látky.

Separáciou kryštálov sú vzniknuté kryštály následne zbavené čo najväčšieho množstva rozpúšťadla. Na tento účel sa používa filtrácia cez Büchnerov lievnik, ktorý je pripojený k odsávačke napojenej na vodnú vývevu. Kryštály je možné premyť ešte malým množstvom studeného rozpúšťadla. Je však nevyhnutné dať pozor na ich rozpúšťanie a tým pádom vzniknuté straty.

Sušením sa napokon kryštalizovaná látka zbaví zvyškov rozpúšťadla. Možno je uskutočniť sušenie voľne na vzduchu na hodinovom sklíčku. V tomto prípade sa odporúča prekryť látku napríklad lievnikom, aby sa do látky nedostali mechanické nečistoty. Sušenie látky je možné urýchliť pod infračervenou lampou.

3.2 Destilácia

Destilácia je deliaca metóda založená na rozdieloch v zložení kvapaliny a pary z nej vytvorenej. Je to často používaná separačná metóda v organickej chémii. Destiláciu používame na delenie zmesi kvapalín na základe rôznych hodnôt teploty varu jednotlivých zložiek zmesi. Teplota, pri ktorej sa tlak nasýtených pár nad kvapalinou vyrovná vonkajšiemu tlaku, sa nazýva teplota varu kvapaliny (za daného tlaku). Teploty varu kvapalín sa musia vzájomne líšiť.

Destilácia sa uplatňuje v rôznych technologických procesoch, v priemysle (pri spracovaní ropy) alebo v potravinárstve (pri výrobe destilátov). Destiláciu používame aj na oddelenie prchavého rozpúšťadla od rozpustených málo prchavých látok. Pri zahratí dvojzložkovej zmesi na teplotu varu prechádza do plynné fázy zmes bohatšia na kvapalnejšiu zložku. Skvapalnené pary sa nazývajú *destilát* a neodparená kvapalina *destilačný zvyšok*.

3.2.1 Destilácie a ich rozdelenie

Destilácia sa môže deliť na nasledovné typy destilačných techník (Schéma 3):

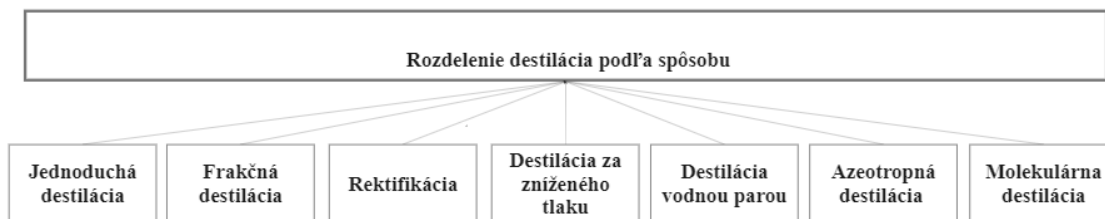


Schéma 3 Rozdelenie destilácie.

3.2.1a Jednoduchá destilácia

Jednoduchá destilácia sa používa na oddelenie rozpúšťadla od neprchavej látky alebo na oddelenie dvoch látok s rozdielnymi bodmi varu. Ideálne oddelenie zmesi dvoch kvapalín použitím jednoduchej destilácie uskutočňujeme v aparátúre – Obrázok 5 v kapitole 2, pričom teploty varu dvoch kvapalín sa musia líšiť najmenej o 150 °C. Destilované látky nesmú vytvárať azeotropnú zmes (zmes s konštantnou teplotou varu).

Aparatúra používaná na jednoduchú destiláciu pozostáva z destilačnej banky, destilačného nástavca, chladiča, alonžu, predlohy, elektrického hniezda a teplomera a nádoby, do ktorej je zachytávaný kondenzát. Často sa destilácia vykonáva pomocou destilačných mostíkov, čo sú zariadenia, v ktorých sú niektoré z predtým uvedených častí pevne spojené. Ich hlavná výhoda spočíva v jednoduchej manipulácii pri zostavovaní prístroja.

Na chladenie sa používa vodný chladič: Liebigov, gulôčkový alebo špirálový, ktorý je upevnený vždy v naklonenej polohe, aby kondenzát mohol voľne stekať. Chladiaca kvapalina (voda) je zapojená protismerne.

V niektorých prípadoch (hlavne v hladkých nádobách) môže dôjsť pri zahrievaní kvapaliny k tzv. utajenému varu (metastabilný tvar). Utajený var vznikne prehriatím kvapaliny nad jej teplotu varu. Náhodný impulz vyvolá búrlivý var, pri ktorom môže kvapalina pretiecť do predlohy. Aby sme zabránili utajenému varu, tak do kvapaliny, ktorú chceme zahrievať, vložíme tzv. varné kamienky (sklenené guľičky, úlomky porcelánu, a pod.). Ak sa z akýkoľvek príčin destilácia preruší, pred ďalším pokračovaním je potrebné vložiť do varnej banky nové varné kamienky.

Destilačnú aparatúru je potrebné upevniť na stojany pomocou držiakov. Držiaky však nesmú namáhať sklenené časti ani tlakom, ani ohybom! Miesta priameho kontaktu so sklom musia mať mäkký obal z korku, gummy alebo aspoň filtračného papiera. Jednotlivé časti aparátúry spájame pomocou korkových alebo gumových zátok, vhodnejšie sú však celosklenené

zábrusové aparatúry. Kvapalina, ktorú destilujeme môže zaplňať najviac dve tretiny objemu varnej banky.

3.2.1b Frakčná destilácia

Frakčnú destiláciu použijeme vtedy, ak chceme oddeliť zmes kvapalín s teplotou blízkou bodu varu a nemôžeme to urobiť jednoduchou destiláciou. Prvý destilát rozdelíme na niekoľko frakcií, najlepšie na tri frakcie: prednú frakciu, hlavnú frakciu a destilačný zvyšok. Jednotlivé frakcie sa potom opäť destilujú. Napríklad: prednú frakciu destilujeme a zachytávame prednú frakciu, ktorá je v podstate čistou nízkovriacou zložkou zmesi. Zvyšok z tejto destilácie sa spojí s hlavnou frakciou z predchádzajúcej destilácie a znova sa destiluje. Destiláciou sa oddelia dve frakcie, z ktorých posledná bude obsahovať najmä vyššie vriacu zložku. Túto frakciu možno spojiť s destilačným zvyškom z prvej destilácie a znova destilovať. Čistota jednotlivých frakcií sa môže posúdiť okrem merania bodu varu napríklad meraním indexu lomu alebo plynovou chromatografiou. Frakčná destilácia je veľmi náročná a poskytuje nízke výťažky, preto radšej používame *rektifikáciu*.

3.2.1c Rektifikácia

Rektifikácia je frakčná destilácia s použitím destilačnej kolóny. Je to difúzna operácia, ktorá sa používa na rozdelenie kvapalných zmesí látok s rôznou teplotou varu. Používa sa vtedy, keď jednoduchá destilácia nestačí na oddelenie zmesi. Využíva sa skutočnosť, že pri prechode časti zmesi zo skupenstva kvapalného do skupenstva plynného majú pary iné zloženie ako pôvodná kvapalina, s ktorou sú v rovnováhe. Delenie zmesi dvoch kvapalín s menším rozdielom teplôt varu ako 100 °C je možné pri použití *frakčnej destilácie*. Frakcie volíme podľa teploty varu destilátu, ktorá v priebehu destilácie kontinuálne stúpa. Tento časovo náročný postup môžeme nahradiť použitím destilačných kolón, pomocou ktorých dosiahneme kondenzáciu pár v priebehu postupu od destilačnej banky po chladič.

Cieľom tejto destilácie, nazývanej *rektifikácia* je čo najintenzívnejší kontakt odvádzaných pár s kvapalinou vracajúcou sa naspäť do banky, aby pri dosiahnutí destilačnej rovnováhy bol destilát čo najviac obohatený prchavejšou zložkou. Inými slovami, v destilačnej kolóne prebieha opakované vyparovanie a kondenzácia (rektifikácia), pričom sú kvapalina a para (pohybujú sa protismerne) v neustálom vzájomnom kontakte. Kvalita separácie v kolóne závisí predovšetkým od konštrukcie kolóny (dĺžka a plnenie kolóny). So zvyšujúcou dĺžkou kolóny sa zvyšuje jej separačná kapacita. Zároveň sa zvyšuje aj náročnosť jej pravidelného udržiavania v pracovnom chode. Rovnováha kvapaliny a pary sa opakovane

stanovuje na kolóne. Rozdelená kvapalná zmes sa varom mení na paru obohatenú o prchavejšiu zložku. Plynná fáza stúpajúca zdola nahor sa kondenzuje a prúdi smerom nadol, a tak sa opakovane dostáva do kontaktu s horným kondenzátom, ktorý sa opäť ohrieva stúpajúcou parou a plynná fáza sa opäť obohacuje prchavejšou zložkou. Bod varu zmesi v kolóne klesá smerom nahor. Celý proces sa v kolóne opakuje niekoľkokrát. Kondenzát vracajúci sa cez kolónu sa nazýva *reflux* alebo *spätný tok*. Na dobrú separáciu je potrebné, aby sa kondenzát vracal vo forme tenkého filmu a umožňoval dokonalý kontakt s protiparami. Veľmi dôležitým faktorom ovplyvňujúcim účinnosť separácie pri rektifikácii je *refluxný pomer*.

Refluxný pomer je podiel spätného toku v objemových jednotkách k počtu objemových jednotiek odobratého destilátu. Najvyššia účinnosť kolóny by teoreticky bola pri úplnom spätnom toku, t. j. keď by sa neodoberal destilát. Hodnota refluxného pomeru ovplyvňuje deliacu účinnosť rektifikačnej kolóny. Čím väčšia je jeho hodnota, t. j. čím väčšie množstvo kondenzátu sa vracia späť do rektifikačnej kolóny ako spätný tok, tým vhodnejšie sú v kolóne podmienky na obohatenie pár prchavejšou zložkou.

3.2.1d Destilácia za zníženého tlaku

Jednou zo známych destilačných metód je *destilácia za zníženého tlaku*. Niektoré kvapaliny sa rozkladajú už pri teplote nižšej ako je ich teplota varu. Výhodou destilácie za zníženého tlaku je, že teplota varu klesá s klesajúcim tlakom destilovanej látky. Takéto kvapaliny treba *destilovať za zníženého tlaku*, tým sa dosiahne zníženie teploty varu. Uvedená metóda sa používa na destiláciu takých látok, ktoré by sa pri svojom bode varu, t. j. za normálnych podmienok rozkladali, oxidovali alebo podliehali iným nežiaducim chemickým zmenám.

Aparatúru na destiláciu pri zníženom tlaku zostavujeme zvyčajne z častí, ktoré majú normalizované zábrusy. Používame len banky s guľatým dnom, ktoré bezpečne vydržia podtlak. Použitie dobrej vodnej vývevy umožňuje znížiť atmosférický tlak takmer štyridsaťkrát, čo vedie k zníženiu teploty varu kvapalín v priemere o 80 °C až 100 °C.

Pravdepodobnosť vzniku utajeného varu je vyššia ako pri destilácii pri atmosférickom tlaku, a preto cez hornú časť chladiča zasúvame sklenú kapiláru. Úlohou kapiláry, ktorá je zasunutá cez Claisenov nástavec až na dno destilačnej banky je zabrániť utajenému varu kvapaliny. Táto kapilára privádza počas destilácie mierny prúd vzduchu, prípadne iného vhodného plynu. Kapilára má mať priemer len niekoľko desiatín milimetra. Môžeme ju nahradiť tenkou sklenenou rúrkou uzatvorenou zvonku gumovou hadičkou s tlačkou. Do hadičky vložíme tenký drôtik a tlačkou plynulé regulujeme prívod vzduchu do kvapaliny v evakuovanej nádobe.

Zabrániť utajenému varu kvapaliny je možné tiež použitím elektromagnetického miešadla a miešadielka. Ako nádoby na odber sa používajú okrúhle banky alebo banky v tvare srdca so zábrusom. Zdrojom vákua je olejová alebo vodná výveva. Ako zdroj vákua sa okrem spomenutej vodnej vývevy používajú olejové rotačné vývevy. Možno nimi dosiahnuť zníženie atmosférického tlaku niekoľko desaťtisíckrát.

3.2.1.e Destilácia vodnou parou

Destilácia vodnou parou je proces separácie, ktorý sa používa na čistenie alebo izoláciu materiálov citlivých na teplotu, ako sú napríklad prírodné aromatické zlúčeniny. Do destilačnej aparatury sa pridáva para alebo voda, čím sa znižuje teplota varu zlúčenín. Cieľom je zahrievať a separovať komponenty pri teplotách pod ich bodom rozkladu. Destiláciou s vodnou parou je tiež možné znížiť teplotu varu destilovanej kvapaliny. Týmto spôsobom je možné predestilovať látky, ktoré majú teplotu varu okolo 200 °C, pri teplote nižšej než 100 °C, a tak ich uchrániť pred nežiadúcim tepelným rozkladom.

Podľa Daltonovho zákona je celkový tlak pár plynnej zmesi rovný súčtu parciálnych tlakov všetkých zložiek zmesi. V prípade zmesi dvoch (vzájomne nemiešateľných) kvapalín je teplota varu ich zmesi nižšia, než sú teploty varu týchto dvoch kvapalín. Aparatúru na destiláciu s vodnou parou je najvýhodnejšie zostaviť zo zábrusových súčastí. V prípade, keď nemáme k dispozícii zábrusové časti destilačnej aparatury, môžeme si pomôcť gumovými zátkami a vhodne ohnutými sklenenými rúrkami.

Ide o najčastejšie používanú metódu, ktorá sa používa napr.: pri získavaní éterických olejov. Rastlinný materiál sa umiestni do destilačnej banky, pričom sa vo vedľajšej banke zohriatím vody do varu vytvorí vodná para, ktorá sa následne vháňa do spodnej časti destilačnej banky, v ktorej je umiestnený rastlinný materiál. Pri prechode rastlinným materiálom para stúpa spolu s éterickým olejom, keďže éterické oleje sú prchavé. Para spoločne s éterickým olejom následne prejde do ďalšej banky, kde sa obe látky ochladia. Keďže éterické oleje sú hydrofóbne, pri ochladzovaní zmesi oleja a pary éterický olej vystúpi do vrchnej časti banky, kým voda zostane na dne. Éterický olej sa potom môže jednoducho oddeliť od vody.

3.3 Extrakcia

Extrakcia je metóda, ktorá sa v laboratóriu používa na separáciu organických látok. Tie môžu byť separované z rôznych zmesí, či z prírodných materiálov, a to použitím vhodného rozpúšťadla. Metóda je založená na pretrepávaní vodného roztoku alebo suspenzie rozpúšťadlom, v ktorom sa organická zlúčenina rozpúšťa, avšak s vodou by sa miešať nemala.

Medzi organickou a vodnou fázou sa ustáli rovnováha a extrahovaná látka sa rozdelí na základe Nernstovho rozdeľovacieho zákona, ktorý vyjadruje pomer koncentrácií danej látky v dvoch vzájomne nemiešateľných kvapalinách pri určitej teplote. Po dosiahnutí rovnováhy je tento pomer konštantný. Koncentrácie v oboch rozpúšťadlách sú úmerné jej rozpustnostiam, pričom ich pomer je pri danej teplote nemenný.

$$Kr = \frac{c_o}{c_v} = \frac{S_o}{S_v}$$

c_o = koncentrácia látky v organickom rozpúšťadle

c_v = koncentrácia látky vo vode

s_o = rozpustnosť látky v organickom rozpúšťadle

s_v = rozpustnosť látky vo vode

Vhodné rozpúšťadlo na extrakciu sa vyberá na základe rôznych faktorov (rozpustnosť extrahovanej látky v danom rozpúšťadle, teplota varu rozpúšťadla,... atď.).

Jednoduchá extrakcia sa uskutočňuje v oddeľovacom lieviku, ktorý môže byť naplnený roztokmi iba do 2/3 objemu. Po pretrepaní zmesi je potrebné dať si pozor na vznik pretlaku, ktorý sa uvoľňuje. Po prevrátení lievika je tak potrebné daný lievik okamžite otvoriť a zavrieť. Lievik je potrebné držať pevne oboma rukami, pričom zátku máme opretú o jednu ruku a s druhou rukou sme schopný otvárať kohútik.

Keď sa v oddeľovacom lieviku vytvorí ostré rozhranie – oddelí sa vodná a organická fáza, tak spodnú vrstvu vypúšťame cez stopku lievika, kým vrchnú vrstvu cez hrdlo lievika. Ak však vznikne počas extrakcie emulzia na rozhraní fáz je potrebné ju odstrániť.

Emulziu môžeme odstrániť:

- rozvírením kvapalín použitím napríklad sklenej tyčinky,
- nasýtením vodnej vrstvy použitím NaCl (vysoľovanie),
- centrifugáciou,
- predĺžením času státia obidvoch vrstiev.

Vo všeobecnosti je dobrú extrakciu uskutočniť opakovane. Pri porovnaní jednorázovej a opakovanej (viacnásobnej) extrakcie musíme konštatovať, že je viacnásobná extrakcia účinnejšia a efektívnejšia, nakoľko sa väčšie množstvo látky dostane do požadovanej fázy.

Niektoré organické zlúčeniny vieme separovať aj z ich zmesí použitím kyslých alebo bázických roztokov. Ide o tzv. „**Extrakciu kyslými a bázickými vodnými roztokmi**“ alebo „**Acidobázickú extrakciu**“, ktorá je založená na fakte, že vodný roztok kyseliny alebo bázy zreaguje s organickou zlúčeninou na jej soľ, ktorá je rozpustná vo vode, avšak je nerozpustná v organickom rozpúšťadle. Použitím vodných roztokov alkalických hydroxidov, ako sú napríklad NaOH, či KOH, vieme od seba selektívne oddeliť karboxylové kyseliny a fenoly za vzniku fenolátov. Vodný roztok NaHCO₃ síce reaguje s karboxylovými kyselinami za vzniku sodných solí, no nie je dosť bázický na vytvorenie fenolátov. Bázické zlúčeniny pre zmenu reagujú s vodným roztokom HCl.

Podstatné je však to, že z vodných roztokov solí vieme získať späť pôvodné karboxylové kyseliny a fenoly použitím zriedenej kyseliny a naopak amíny použitím zriedeného roztoku bázy.

3.4 Chromatografia

Chromatografia je významná separačná metóda, ktorá má uplatnenie vo všetkých vedeckých odvetviach. S jej pomocou môžeme separovať jednu alebo viac zložiek zo zmesi, čistiť látky od rôznych prímiesí, rozdeliť zmesi na chemicky čisté látky a identifikovať ich. Podstatou je rozdelenie jednotlivých zložiek zmesi medzi dve nemiešateľné fázy, z ktorých jedna je v pomalom pohybe a nazýva sa *mobilná-pohyblivá fáza* (môže to byť kvapalina alebo plyn) a druhá je pevne zakotvená *stacionárna-nepohyblivá fáza* (tuhá látka alebo kvapalina). Mobilná fáza unáša vzorku chromatografickým systémom a jednotlivé zložky sa delia, pretože rôzne interagujú so stacionárnou fázou (čím viac sa k nej pútajú, tým pomalšie sa pohybujú). Zložka, ktorej interakcie so stacionárnou fázou sú najsilnejšie, bude najdlhšie zadržovaná v stacionárnej fáze. Bude preto prechádzať systémom pomalšie ako zložky, ktoré sa prednostne zdržujú v mobilnej fáze. Jednotlivé zložky zmesi sa delia na základe rozdielnej afinity jednotlivých zložiek k fázam stacionárnej a mobilnej. Mobilná fáza môže byť kvapalina (*kvapalinová chromatografia*) alebo plyn (*plynová chromatografia*).

3.4.1 Klasifikácia chromatografických metód

Chromatografické metódy sú rozdelené podľa rôznych kritérií. Uvedené spôsoby sa môžu pri jednom chromatografickom usporiadaní rôzne kombinovať (Schéma 4). Známe chromatografické metódy sú napr.: *plynová, kvapalinová, kolónová, plošné techniky, rozdeľovacia, adsorpčná, iónovo-výmenná, gélová, afinitná chromatografia*.

Plynová chromatografia (GC) využíva ako mobilnú fázu plyn a *kvapalinová chromatografia (LC)* má ako mobilnú fázu kvapalinu. *Kolónová chromatografia* má napríklad stacionárnu fázu umiestnenú v trubici. Medzi *plošné techniky* zaraďujeme: *papierovú chromatografiu (PC)* so stacionárnou fázou ako súčasťou chromatografického papiera, *tenkovrstvú chromatografiu (TLC)*, ktorej stacionárna vrstva je umiestnená na pevnom plochom podklade.

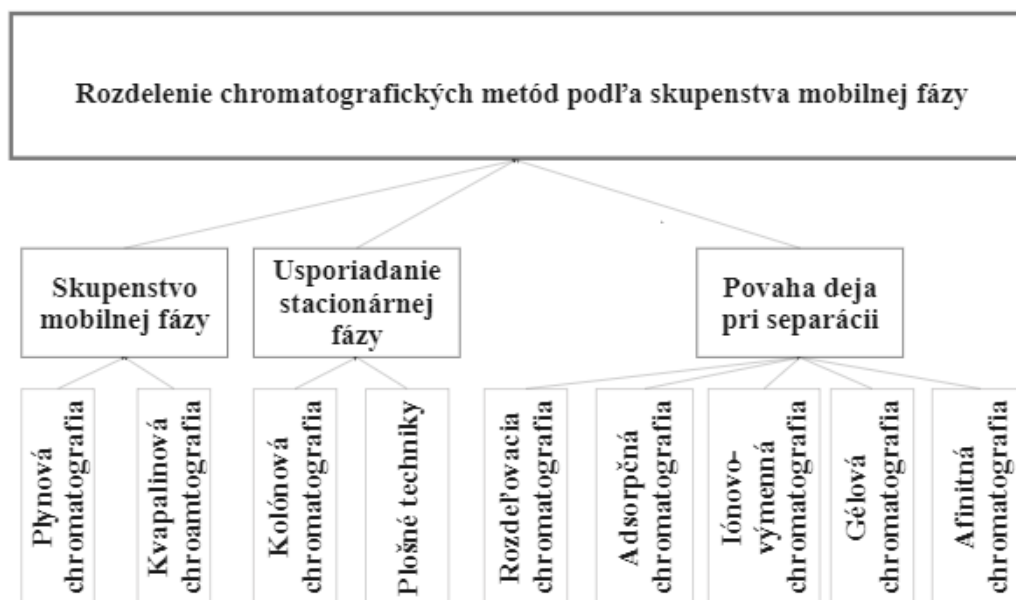


Schéma 4 Rozdelenie chromatografických metód podľa skupenstva mobilnej fázy.

Známe sú rôzne spôsoby delenia chromatografie:

1. podľa prebiehajúcich fyzikálno-chemických procesov
2. podľa usporiadania stacionárnej fázy
3. podľa chromatografických stanovení.

3.4.1.1 Delenie chromatografie podľa prebiehajúcich fyzikálno-chemických procesov

Chromatografia sa podľa prebiehajúcich *fyzikálno-chemických procesov*, t. j. podľa povahy deja pri separácii jednotlivých zložiek zo zmesi látok sa rozdeľuje na:

- rozdeľovaciu (GLC, LLC),
- adsorpčnú (LSC, GSC),
- iónovo-výmennú, resp. ionexová (IEC),
- gélovú (GPC),
- afinitnú (AC).

a) Rozdeľovacia chromatografia

V *rozdeľovacej chromatografii* o separácii rozhoduje odlišná rozpustnosť zložiek vzorky v stacionárnej fáze (kvapalina) a mobilnej (kvapalina alebo plyn). Na základe rozličnej veľkosti rozdeľovacích koeficientov dochádza k deleniu jednotlivých zložiek zmesi medzi stacionárnu a mobilnú fázu.

Rozdeľovací koeficient:

$$K = \frac{c_s}{c_m}$$

c_s - koncentrácia rozpustenej látky v stacionárnej fáze

c_m - koncentrácia rozpustenej látky v mobilnej fáze

Pri plynovej rozdeľovacej chromatografii látok v plynnom stave je prietok kvapalným prostredím. Látky, ktoré sa lepšie rozpúšťajú v kvapaline, prechádzajú kolónou pomalšie, než tie, ktoré sa rozpúšťajú horšie, prípadne vôbec nerozpúšťajú.

Pri kvapalinovej rozdeľovacej chromatografii látok je stacionárnou fázou kvapalina zachytená v tenkej vrstve na veľkom povrchu inertného tuhého nosiča. Najčastejšie sa používajú kvapaliny s veľkou molekulovou hmotnosťou, ktoré sú nemiešateľné s kvapalnou mobilnou fázou. Ako nosič sa používa *silikagél, porézne sklo, kremelina* a pod. Pohyblivou fázou sú rozpúšťadlá, ktoré sú zoradené od najpolárnejšieho rozpúšťadla (H_2O) až po najmenej polárne (nasýtené uhľovodíky).

b) Adsorpčná chromatografia

Na tomto princípe pracujú kvapalinová a plynová chromatografia (LSC a GSC). Sú založené na *rozdielnych adsorpčných schopnostiach jednej látky k povrchu druhej látky – adsorbenta*. Pri *adsorpčnej chromatografii* o separácii rozhoduje rôzna schopnosť zložiek pútať

sa na povrch stacionárnej fázy (tuhá látka). Adsorpciu popisuje Langmuirova adsorpčná izoterma, vyjadrujúca závislosť množstva analytu v stacionárnej fáze na koncentrácii v mobilnej fáze:

$$C_s = w \cdot z \cdot CM \frac{w \cdot z \cdot CM}{(1 + w \cdot CM)}$$

w - adsorpčný koeficient pre daný analyt

z - počet voľných interakčných miest na povrchu

C_S, C_M - koncentrácie analytu v oboch fázach

Mierou adsorpčných schopností je adsorpčný koeficient medzi delenou látkou a tuhým adsorbentom. Čím rýchlejšie a lepšie sa adsorbuje látka na povrchu adsorbenta, tým ľahšie a rýchlejšie sa dá oddeliť od látky, ktorá sa adsorbuje pomalšie a horšie.

Podľa charakteru síl, ktorými sú adsorbované častice viazané, rozlišujeme adsorpciu *fyzikálnu* a *chemickú*. Pri fyzikálnej adsorpcii sú častice viazané k povrchu slabými van der Waalsovými silami. Pri chemickej adsorpcii dochádza k vzniku iónovej alebo kovalentnej väzby. Reálny proces spravidla prebieha medzi fyzikálnou adsorpciou a chemisorpciou.

c) Iónovo-výmenná chromatografia

V *iónovo-výmennej chromatografii* o separácii rozhodujú rôzne veľké elektrostatické príťažlivé sily medzi funkčnými skupinami stacionárnej fázy a iónmi vzorky. Separácia nastáva pri výmene iónov zložky vzorky z mobilnej fázy za vymeniteľný ión z vymieňača iónov, tzv. ionexu, ktorý je elektrostatickými silami viazaný na nosič. Sorbent zachytáva určitý druh iónov a namiesto neho uvoľňuje do roztoku iné ióny. Charakteristickou veličinou každého ionexu je *kapacita ionexu*. Je to schopnosť ionexu viazať vymeniteľný ión (mol.dm⁻³ vymeneného iónu na 1 g suchého alebo 1 cm³ vlhkého ionexu). Vymieňač kationov sa nazýva *katex* a vymieňač aniónov *anex*. Väzba ionexom je *vratný dej*. Menič iónov je dosiahnuteľné *regenerovať* a opakovane použiť nadbytkom iných iónov.

d) Gélová chromatografia

Deliacim materiálom pri *gélovej chromatografii* je pórovitý gél. Látky sa delia podľa veľkosti molekúl. V prípade gélovej chromatografie sa zložky separujú podľa veľkosti na pórovitej stacionárnej fáze (gél), menšie molekuly vzorky sa v géloch zdržiavajú dlhšie. Molekuly menšie ako póry gélu prenikajú do vnútra, kde elučný roztok nepreteká. V pohybe sú

menšie molekuly brzdené, zatiaľ čo veľké molekuly nemôžu difundovať do vnútra gélových častíc a zostávajú v pretekajúcej fáze. Z kolóny naplnenej géloom budú ako prvé eluovať látky s veľkými molekulami a ako posledné budú eluovať najmenšie.

e) Afinitná chromatografia

Afinitná chromatografia využíva špecifické interakcie molekúl. Uvedená metóda sa využíva najmä pri izolácii a analýze biologicky aktívnych látok. Interakcie môžu byť biologickej povahy (*enzým - substrát, enzým - inhibítor, antigén - protilátka, receptor – hormón, ...* a pod.) alebo biologickú interakciu napodobňujúce (*bielkovina - triazínové farbivo, bielkovina - kovové ióny, ...* a pod.). Afinitná chromatografia má stacionárnu fázu schopnú viazať zo vzorky práve tie zložky, ku ktorým má úzky selektívny vzťah. Jeden z partnerov (tzv. ligand) je pevne naviazaný na nosič, ktorým je naplnená chromatografická kolóna. Pri prúdení roztoku vzorky cez kolónu, v ktorej je na nosiči naviazaný ligand, sa zachytí len tá zložka, ktorá špecificky interaguje s ligandom. Ostatné zložky, ktoré k nemu nemajú afinitu, kolónou pretečú. V delenej zmesi (mobilná fáza) je prítomná rada molekúl, z ktorých len niektoré majú afinitu k ligandu, naviažu sa naň a ostatné zložky zmesi sa z kolóny vymyjú. Pre premytie kolóny sa zmení zloženie mobilnej fázy tak, aby sa oslabila interakcia ligand – naviazaná molekula, tá sa z kolóny uvoľní a získa sa v relatívne čistej podobe. Zachytenú látku možno potom z kolóny vytesniť roztokom ligandu alebo eluovať zmenou zloženia rozpúšťadla, ktorá vyvolá rozrušenie väzby medzi ligandom a naviazanou zložkou.

Bioafinitná chromatografia sa používa k separácií, izolácií a k čisteniu zložiek vzoriek.

Pre delenie bielkovín bola vyvinutá moderná chromatografická kolónová technika *chromatografia s hydrofóbnou interakciou (HIC)*. Ako stacionárna fáza slúžia špeciálne nosiče nesúce hydrofóbne skupiny, na ktoré sa bielkoviny naviažu bez toho, aby boli denaturované. Pri vysokej iónovej sile mobilnej fázy, na začiatku chromatografie, sa bielkoviny viažu na stacionárnu fázu. Postupným znižovaním iónovej sily (klesajúci soľný gradient) dochádza k oslabovaniu hydrofóbných interakcií bielkovín s nosičom a k ich postupnej elúciu z kolóny.

3.4.1.2 Delenie chromatografie podľa usporiadania stacionárnej fázy

Chromatografia sa delí aj podľa usporiadania stacionárnej fázy (Schéma 5).

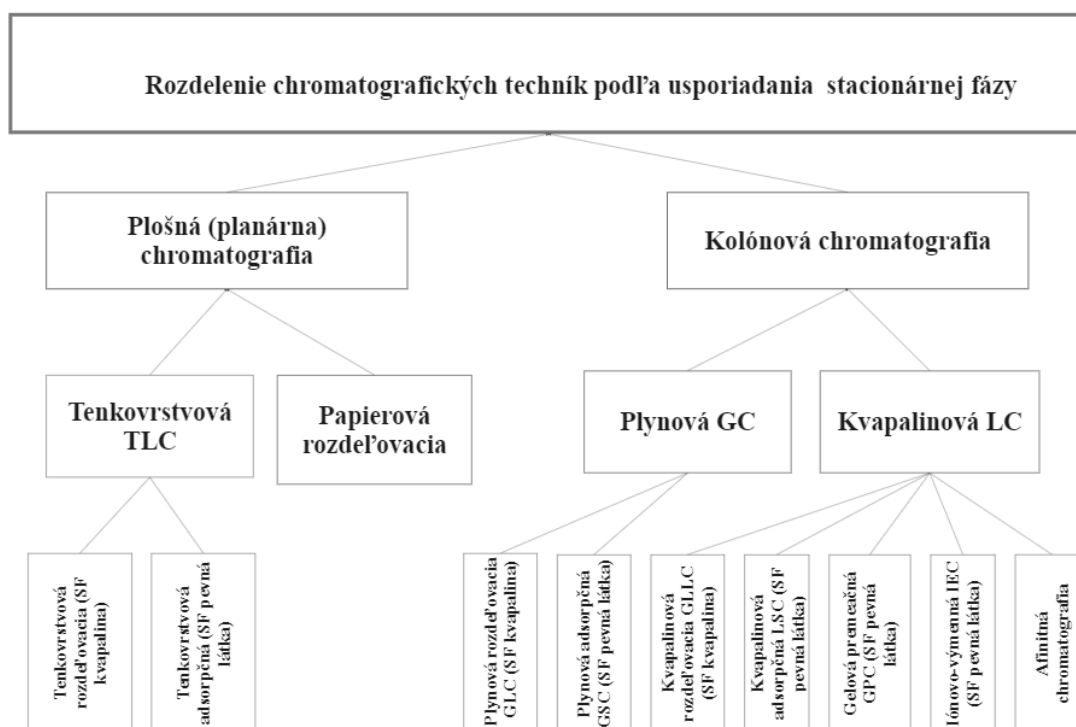


Schéma 5 Prehľad chromatografických techník.

d) Papierová chromatografia

Papierová chromatografia patrí medzi separačné metódy. Zaraďujeme ju do chromatografie *kvapalina - kvapalina*. Voda zachytená na vhodnom papieri je napríklad stacionárnou fázou. Mobilnou fázou je organické rozpúšťadlo alebo ich zmes. Zložky zmesi sa rozdeľujú na základe rozdeľovacích schopností medzi stacionárnu a mobilnú fázou. Podľa hodnoty *retenčného faktora* (R_f) sa potom na získanom *chromatograme* identifikujú látky.

Retenčný faktor je charakteristickou konštantou pre určitú látku pri presne známych podmienkach, ako je: *technika delenia, teplota, systém rozpúšťadiel a tuhej fázy, ... a pod.*

Výpočet retenčného faktora:

$$R(f) = \frac{a}{b}$$

a = vzdialenosť stredu škvrny od štartu

b = vzdialenosť štartu od čela rozpúšťadla

Hodnota R_f je vždy menšia ako hodnota rovná 1. Optimálne hodnoty retenčného faktora sú v intervale od 0,16 do 0,86. Rozdiel R_f hodnoty na oddelenie a určenie dvoch zložiek musí byť aspoň 0,05.

Papierová chromatografia sa delí podľa spôsobu práce a postupu mobilnej fázy na: vzostupnú, zostupnú, kruhovú, jednorozmernú a dvojrozmernú.

Klasifikácia papierovej chromatografie podľa stacionárnej fázy:

1. Stacionárna fáza je *voda*: pri polárnych látkach. Ak sa ako roztok použije tlmivý roztok alebo roztok soli, papier sa navlhčí v roztoku, po vysušení sa nanáša vzorka. Pohyblivá fáza závisí od charakteru skúmanej fázy: neutrálne látky – butanol a vyššie alkoholy; kyslé látky – zmes butanol, kyselina octová a voda; zásadité látky – zmes butanol, amoniak a voda.
2. Stacionárna fáza je *hydrofilné organické rozpúšťadlo*: stacionárna fáza sa zakotví na papier sytením v komore alebo sa papier namočí v roztoku a prchavé rozpúšťadlo (formamid) sa nechá odpariť. Neprchavými stacionárnymi fázami sú: glykoly, glycerín, benzylalkohol. Prchavé stacionárne fázy sú: chloroform, benzén, cyklohexán.
3. Stacionárna fáza je *hydrofóbne organické rozpúšťadlo*: papier s hydrofóbnym povrchom, ktorý sa vytvorí pomocou silanizácie alebo acetylácie. Následne dochádza k zakotveniu hydrofóbného organického rozpúšťadla.

Nanášanie vzorky

Pri papierovej chromatografii sa roztok vzorky nanáša na špeciálne papiere. Tuhé vzorky sa nanášajú až po ich rozpustení v rozpúšťadle. Vzorku rozpúšťame v čo najmenej polárnych rozpúšťadlách, najlepšie prchavých. Roztoky vzoriek a štandardov sa nanášajú na jemne vyznačenú čiaru *startu* v podobe škvŕny. Na nanesenie škvŕn sa používa mikropipeta alebo kapilára. Škvŕny sa nanášajú v 3 cm vzdialenostiach, pričom priemer nanesej vzorky nemá byť väčší ako 5 mm. Nanášanie vzorky na tenkú vrstvu je vo vzdialenostiach 1-2 cm a 1 cm od okraja. Pri opakovanom nanášaní sa nanesená škvŕna suší prúdom teplého vzduchu. Optimálny nanášací objem je 5 μ l až 10 μ l.

Vyvíjanie chromatogramov sa najčastejšie robí v komorách, ktoré sa skladajú zo sklenenej nádoby s dobre tesniacim vekom. Pohyblivá fáza buď steká smerom dole alebo vzlína smerom hore. Pri *vzostupnej chromatografii* sa papier ponorí do vyvíjajúceho sa roztoku. Pri *zostupnej chromatografii* sa papier zasunie do žliabku, kde je stacionárna fáza, ktorou sa papier nasýti a potom sa doleje mobilná fáza. Ďalšie možnosti pre papierovú chromatografiu sú

kruhová alebo *horizontálna*. Ďalšie techniky, ktoré sa využívajú sú *opakované vyvíjanie* a *vyvíjanie kontinuálne*.

Pokiaľ sú známe chemické vlastnosti delenej zmesi, vhodnú mobilnú fázu a podmienky analýzy možno vyhľadať v chemickej literatúre a tabuľkách. Výber mobilnej fázy sa urobí podľa povahy delenej zmesi látok. Pokiaľ pracujeme s neznámou zmesou látok, vhodná mobilná fáza sa zistí experimentálne (postupnou zámennou od polárnej k menej polárnej).

Konštantné podmienky (teplota a stupeň nasýtenia rozpúšťadla v chromatografickom zariadení) je dôležité zabezpečiť pri vlastnom vyvíjaní chromatogramu. Chromatogram sa nechá voľne vysušiť v digestore alebo v sušiarňi (teplota 60 - 120 °C) po skončení vyvíjania a delenia zmesi látok. Detekcia je potrebná ak jednotlivé zložky zmesi sú bezfarebné. Na detekciu sa využíva schopnosť látky špecificky reagovať s detekčným činidlom za vzniku farebného produktu alebo absorbovať ultrafialové žiarenie a potom fluoreskovať alebo fluorescenciu zhasať.

e) Chromatografia obrátených fáz

Pri *chromatografii obrátených fáz* je stacionárna fáza nepolárna a mobilná je polárna (parafínový olej). Papier je nosičom stacionárnej fázy. Ide o celulóзовý filtračný papier osobitnej čistoty. Dôležitou vlastnosťou papiera je rýchlosť kapilárneho nasávania, t.j. rýchlosť, ktorou prenikne rozpúšťadlo vláknami papiera. Čím je papier hustejší, tým je kapilárne nasávanie pomalšie. Pre fázovú sústavu je možné použiť viaceré kombinácie rozpúšťadiel, ktoré sa navzájom nemiešajú.

Vyhodnotenie chromatogramov sa robí dvomi spôsobmi, a to *kvalitatívne* aj *kvantitatívne*. Na *kvalitatívne* vyhodnotenie chromatogramu je potrebné poznať hodnoty retenčných faktorov štandardných látok. *Kvantitatívne* vyhodnotenie chromatogramu sa robí na základe nasledovných známych hodnôt merania: návažok vzorky, objem pripraveného roztoku a objem roztoku vzorky nanesej na papier. Metóda stanovenia sa vyberá podľa povahy látky a dostupnosti prístrojovej techniky. Priamo na chromatograme alebo po izolácii látky z chromatogramu sa môže robiť vyhodnotenie.

f) Tenkovrstvová chromatografia

Tenkovrstvová chromatografia sa zaraďuje medzi metódy *adsorpčnej chromatografie*. Tiež ju môžeme nazvať ako *chromatografia v otvorenej kolóne*. Stacionárnou fázou je jemne zrnitý materiál, ktorý sa nachádza na vhodnej podložke ako napr.: na sklennej, plastovej alebo hliníkovej fólii. Stacionárnou fázou je silikagél, oxid hlinitý, alebo kremičitan horečnatý, atď'. Pokiaľ sú na podložke sypané vrstvy môžeme použiť všetky typy adsorbentu. Pripravujú sa v plochej miske, v ktorej sú vhodné vložky upevňujúce sklenú platňu. Nasype sa adsorbent v nadbytočnom množstve a stieračom sa pripraví vrstva (tmelené vrstvy, hotové tenké vrstvy). Následne nastupuje aktivácia adsorbenta. O pohyblivej fáze hovoríme vtedy, ak sa použije ako adsorbent silikagél alebo alumin a súčasne použijeme organické rozpúšťadlo.

V laboratóriách je možné pripraviť sypané alebo nalievané vrstvy. Využívajú sa však aj hotové, komerčne vyrábané vrstvy, kde adsorbent je silikagél (Silufol), Al_2O_3 (Alufol) alebo mikrokryštalická celulóza (Lucefol). Delenie zmesi prebieha mechanizmom adsorpčnej chromatografie, ak sa na chromatografickú analýzu použije neimpregnovaná tenká vrstva adsorbentu. Rozpúšťadlá mobilnej fázy sú nasávané vrstvou adsorbenta. Na základe rozdielnych adsorpčných izoteriem jednotlivých zložiek zmesi v danom systéme adsorbent - mobilná fáza potom dochádza k ich rozdeleniu. Spôsobom *rozdeľovacej chromatografie* prebieha chromatografické delenie zmesi látok na tenkých vrstvách impregnovaných stacionárnou fázou, ktorá sa nemieša s mobilnou fázou.

Pri tenkovrstvovej chromatografii je výber vhodnej mobilnej fázy, nanášanie, vyvíjanie, detekcia a vyhodnocovanie chromatogramu obdobné ako pri papierovej chromatografii. Výhody chromatografie na tenkej vrstve v porovnaní s papierovou chromatografiou sú nasledovné: kratší čas vyvíjania chromatogramu, väčšia účinnosť delenia, menšie a zreteľnejšie ohraničené škvrny. Patrí sem aj možnosť analýzy látok s nízkou koncentráciou. Prednosťou je aj možnosť použiť na detekciu látky, ktoré rozpúšťajú organické látky a ktoré nemôžeme použiť pri papierovej chromatografii (konc. H_2SO_4).

g) Stĺpcová chromatografia

Na *stĺpcovú chromatografiu* sa používajú sklené, plastové alebo nerezové trubice rozličného priemeru a dĺžky, v spodnej časti s fritou a skleným kohútom na reguláciu prietoku. Princíp delenia je buď rozdeľovací, ak sa použije rozdeľovacia kolóna alebo adsorpčný v prípade použitia čistého adsorbenta. V stĺpcovej chromatografii sa na delenie používa kolóna nasiaknutá príslušnou mobilnou fázou. Na vrch vrstvy adsorbenta (štart) sa naniesie čo najmenší

objem pomerne koncentrovaného roztoku vzorky. Následne sa otvorí sa kohút v spodnej časti kolóny a nastaví sa vhodná rýchlosť prietoku mobilnej fázy elučného činidla.

Retenčný čas danej látky je kvalitatívnym parametrom. Je to časový interval, ktorý uplynie od jej vnesenie na kolónu (adsorbent) po jej opustenie kolóny. Pri analýze v určitých prípadoch sa vychádza z elučného objemu. Elučný objem je objem mobilnej fázy, ktorý musí pretiecť cez kolónu od okamihu vnesenia danej látky do kolóny až po jej elúciu.

Veľkosť signálu detektora, daná buď jeho plochou alebo výškou, je *kvantitatívnym parametrom*. Výber stacionárnej a mobilnej fázy závisí od *povahy* analyzovanej zmesi. Použité adsorbenty a elučné činidlá musia byť chromatograficky čisté. Nesmú navzájom chemicky reagovať so zložkami delenej zmesi.

Kvalitatívna analýza

- Porovnávame rýchlosť migrácie zložiek a rýchlosť referenčných zložiek.
- $R_f = a$ (vzdialenosť, ktorú zložka prejde za daný čas; vzdialenosť stredu škvŕny od štartu) / b (vzdialenosť, ktorú prejde čelo rozpúšťadla). Ide o bezrozmerné číslo.
- Pri analýze sa porovnávajú experimentálne získané R_f s hodnotami R_f referenčných látok.

Kvantitatívna analýza

- Metóda *in situ*: analýza priamo na chromatograme. Nanášame striedavo vzorky a referenčné látky.
- Používajú sa metódy: vizuálne pozorovanie, fotometrické metódy, rádiometrické metódy.
- Vizuálne porovnávanie farebných škvŕn: porovnanie intenzity a veľkosti škvŕny.
- Fotometrické metódy: využívame žiarenie, ktoré prechádza vrstvou, prípadne sa od nej odráža. Meriame transmitancie a reflektancie.
- Radiochromatografia: stanovenie rádioaktívnych látok.

4 Protokoly k laboratorným cvičeniam

Ako už bolo spomínané v úvodnej kapitole. Protokol je písomný dokument, ktorý hovorí o vykonanej experimentálnej práci v chemickom laboratóriu. Môže byť napísaný ručne alebo s pomocou počítača. Protokol by mal obsahovať nasledovné časti v závislosti od typu úlohy:

- úvodná stránka s hlavičkou (univerzita, fakulta, študijný program a odbor, ročník)
- názov laboratornej práce;
- meno a priezvisko, dátum cvičenia;
- cieľ experimentu;
- teoretický úvod;
- reakčné schémy a chemické rovnice;
- použité pomôcky, chemikálie a prístroje;
- základné výpočty (ak sú potrebné);
- pracovný postup;
- nákres aparatury;
- pozorovanie;
- experimentálne výsledky;
- diskusia;
- záver;
- použitá literatúra.

Hlavná časť protokolu má byť založená na pozorovaniach a výsledkoch, ktoré boli získané počas chemického experimentu. Protokol by nemal obsahovať gramatické chyby a preklepy. Je výsledkom práce študenta a ukázkou jeho vedomostí, získanej zručnosti, ale aj dôslednosti v domácej príprave.

V predloženej kapitole uvádzame jednotlivé úlohy spolu s ich protokolovými časťami pre názornosť študentom, ako by mali dané experimenty vychádzať a aby boli lepšie oboznámení s úlohami, s ktorými sa stretnú na laboratorných cvičeniach z organickej chémie v priebehu semestra.

Výber vhodného rozpúšťadla na kryštalizáciu kyseliny benzoovej

Teoretická časť



Kryštalizácia je metóda, ktorá sa používa na čistenie tuhých látok. Princíp kryštalizácie spočíva v tom, že väčšina látok je rozpustnejšia v horúcom ako v studenom rozpúšťadle.

Po ochladení horúceho roztoku začne čistená látka kryštalizovať.

Pri kryštalizácii je tak dôležitý výber rozpúšťadla, ktoré musí spĺňať určité podmienky:

- nesmie reagovať s kryštalizovanou látkou,
- nečistoty by v ňom mali byť veľmi málo alebo veľmi dobre rozpustné,
- má mať čo najnižšiu teplotu varu,
- nízka cena, toxicita a horľavosť.

Kryštalizovaná látka musí mať tiež dostatočne rozdielnú rozpustnosť v studenom a horúcom rozpúšťadle. Polárne látky sú dobre rozpustné vo vode a v alkoholoch, nepolárne zase v uhľovodíkoch, halogénuhľovodíkoch, či éteroch.

Použitie
východiskové látky



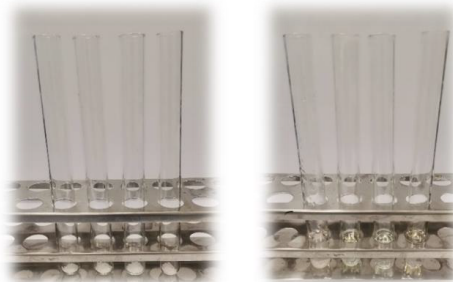
kyselina benzoová, voda, acetón, etyl-acetát

Postup práce



1. Kyselinu benzoovú (0,1 g) pridáme do 4 skúmaviek.
2. Do každej skúmavky pridáme iné rozpúšťadlo: vodu (1 ml), acetón (1 ml), etanol (1 ml) a etyl-acetát (1 ml). Sledujeme rozpustnosť kyseliny benzoovej v studenom rozpúšťadle.
3. Ak sa kyselina benzoová nerozpustí v studenom rozpúšťadle. Dané skúmavky opatrne zahrejeme.

Fotodokumentácia



a)

b)

Obrázok 9. Výber vhodného rozpúšťadla na kryštalizáciu kyseliny benzoovej: a) 0,1 g kyseliny benzoovej v 4 skúmavkách; b) 0,1 g kyseliny benzoovej vo vode, acetóne, etanole a etyl-acetáte (1 ml) – sledovanie rozpustnosti.

Pozorovanie



Obrázok 10.
Kyselina benzoová.

Kyselina benzoová je biela kryštalická látka. V acetóne, etanole a etyl-acetáte sa kyselina benzoová rozpustila za studena už po chvíľke miešania. Vo vode sa kyselina benzoová za studena nerozpustí, avšak po zahriatí k varu môžeme vidieť, že kyselina benzoová je rozpustnejšia v horúcom ako v studenom rozpúšťadle – v našom prípade vo vode.

Experimentálne
výsledky



Ako vhodné rozpúšťadlo bola na základe experimentu vyhodnotená voda.

Záver



Laboratórnym experimentom sme zistili, že spomedzi rozpúšťadiel: voda, acetón, etanol a etyl-acetát nie sú vhodné rozpúšťadlá na kryštalizáciu kyseliny benzoovej: acetón, etanol a etyl-acetát, pretože sa v nich kyselina benzoová rozpustila už za studena.

Na kryštalizáciu kyseliny benzoovej bola použitá voda. Kyselina benzoová sa v nej rozpustila až po zahriatí k varu. Voda je okrem iného aj pomerne lacná, je netoxická a nehorľavá oproti iným rozpúšťadlám.

Kontrolné otázky



1. Definujte princíp kryštalizácie.
2. Na základe akých faktorov vyberiete správne rozpúšťadlo na kryštalizáciu neznámej látky?
3. Ktoré rozpúšťadlo je vhodné na kryštalizáciu kyseliny benzoovej spomedzi rozpúšťadiel: voda, acetón, etanol a etyl-acetát? Napíšte zdôvodnenie.

Kryštalizácia kyseliny benzoovej

Teoretická časť



Princíp kryštalizácie spočíva v tom, že látka je rozpustnejšia v horúcom ako v studenom rozpúšťadle. Látka, ktorú chceme kryštalizovať sa rozpustí v rozpúšťadle, pričom sa získa nasýtený roztok pri teplote varu rozpúšťadla. Tento roztok sa za horúca prefiltruje, čím sa odstránia nerozpustné nečistoty a samotná kryštalizácia tak začína ochladzovaním nasýteného roztoku. Kryštály, ktoré vzniknú sa nakoniec odfiltrujú a vysušia.

Po rozpustení tuhej látky vo vhodnom rozpúšťadle sa pridáva do varnej banky varný kamienok alebo magnetické miešadličko. Zmes sa zahrieva pod spätným chladičom na teplotu varu vybraného rozpúšťadla. Ak je však kryštalizovaná látka znečistená napríklad farebnými látkami, tak sa zvykne prerušiť var a k roztoku kryštalizovanej látky sa po ochladení pridá aktívne uhlie, nový varný kamienok a reakčná zmes sa zahrieva k varu ešte cca 5 - 10 min. Horúci roztok sa následne čo najrýchlejšie prefiltruje, aby čistená látka nekryštalizovala už na filtračnom papieri a prechádza sa k ďalšiemu kroku – chladeniu roztoku a k tvorbe kryštálov.

Tvorbe kryštálov je možné dopomôcť:

- trením vnútorného povrchu banky sklenou tyčinkou,
- miešaním, či trepaním,
- očkovaním roztoku – prídanie malého kryštálu čistej látky.

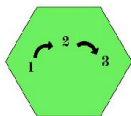
Vzniknuté kryštály sú následne zbavené čo najväčšieho množstva rozpúšťadla použitím filtrácie cez Büchnerov lievnik, ktorý je pripojený k odsávačke napojenej na vodnú vývevu. Sušením sa napokon kryštalizovaná látka zbaví zvyškov rozpúšťadla. Možné je uskutočniť sušenie voľne na vzduchu, či urýchliť sušenie látky pod infračervenou lampou.

Použitá
východisková látka



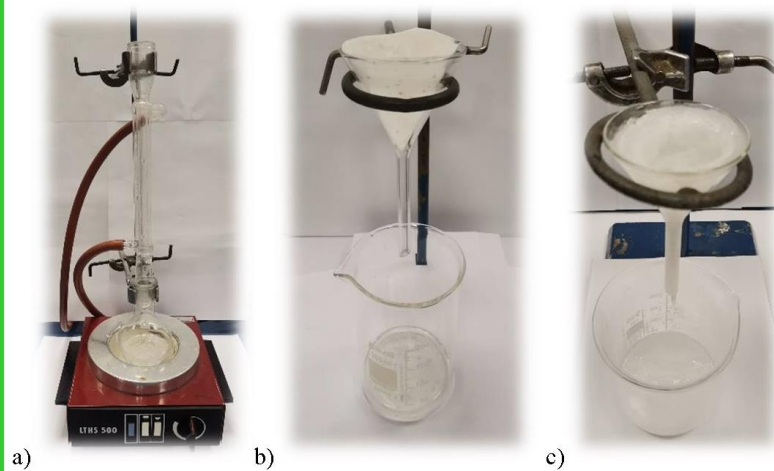
kyselina benzoová, voda

Postup práce



1. Kyselinu benzoovú (0,5 g) vložíme do 250 ml varnej banky s guľatým dnom. Pridáme 20 ml destilovanej vody a 2 – 3 varné kamienky.
2. Na varnú banku nasadíme spätný chladič, pustíme do neho vodu a zahrievame k varu.
3. Ak sa kyselina benzoová nerozpúšťa, tak pridáme vodu (10 ml) opatrne cez chladič a po úplnom rozpustení kyseliny benzoovej zmes zahrievame k varu ešte 5 minút.
4. Horúci roztok čo najrýchlejšie prefiltrujeme cez filtračný papier do kadičky a necháme chladnúť pri laboratórnej teplote.
5. Zmes chladíme v studenom vodnom alebo ľadovom kúpeli.
6. Vzniknuté kryštály odsajeme cez Büchnerov lievnik a premyjeme ich malým množstvom ľadovej vody (5 ml).
7. Kryštály necháme sušiť prirodzene na vzduchu.
8. Stanovíme hmotnosť produktu – kyseliny benzoovej.

Fotodokumentácia



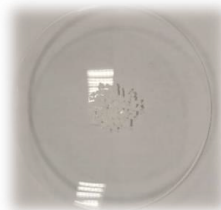
Obrázok 11a. Kryštalizácia kyseliny benzoovej: a) zahrievanie kyseliny benzoovej vo vode k varu; b) jednoduchá filtrácia – ideálna; c) jednoduchá filtrácia – kryštalizácia v ústí lievika.



d) e) f)

Obrázok 11b. Kryštalizácia kyseliny benzoovej: d) chladenie v studenom vodnom alebo ľadovom kúpeli; e) filtrácia cez Büchnerov lievnik; f) detail na kyselinu benzoovú v Büchnerovom lievniku a sušenie.

Pozorovanie



**Obrázok 12.
Kyselina benzoová.**

Kyselina benzoová bola na začiatku kryštalizácie biela kryštalická látka znečistená malými čiastočkami. Vo vode sa kyselina benzoová nerozpustila za studena. Po zahriatí roztoku zmesi na teplotu varu sa celé množstvo kyseliny benzoovej nerozpustilo, tak bolo potrebné pridať ďalších 10 ml vody opatrne cez chladič a reakčná zmes tak bola zahrievaná k varu ešte po dobu cca 5 min po jej rozpustení. Po prefiltrovaní roztoku môžeme vidieť, že proces kryštalizácie už začal, pretože sa nám tvorili kryštáliky už v ústí lievika. Následne bola zmes ochladená v ľadovom kúpeli niekoľko minút, pričom sme pozorovali vznik väčšieho množstva bielych kryštálikov strednej veľkosti. Po odsatí a vysušení kryštálov sme pozorovali ich farbu a tvar. Po kryštalizácii sme získali kryštáliky bielej farby a strednej veľkosti. Počas jednoduchšej filtrácie cez lievnik sme sa zbavili nečistôt.

| | |
|--|---|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Hmotnosť kyseliny benzoovej pred kryštalizáciou: $m_{\text{pred}} = 0,50 \text{ g}$ Hmotnosť kyseliny benzoovej po kryštalizácii: $m_{\text{po}} = 0,45 \text{ g}$ Nečistoty = $m_{\text{pred}} - m_{\text{po}} = 0,50 \text{ g} - 0,45 \text{ g} = 0,05 \text{ g}$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Kryštalizácia je laboratórna metóda, ktorá slúži na čistenie organických zlúčenín napríklad od nečistôt. Založená je na skutočnosti, že čistená látka je rozpustnejšia v horúcom ako v studenom rozpúšťadle. Hmotnosť kyseliny benzoovej pred kryštalizáciou bola 0,50 g a po kryštalizácii 0,45 g. Kyselina benzoová bola zbavená nečistôt, ktoré tvorili 0,05 g hmotnosti východiskovej navážky. V prípade pomalej manipulácie však môže kyselina benzoová začať kryštalizovať už počas jednoduchej filtrácie. Proces kryštalizácie by bolo v uvedenom príklade potrebné opakovať.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Stručne definujte pojem kryštalizácia. 2. Z akých krokov sa skladá proces kryštalizácie? 3. Akými spôsobmi je možné urýchliť tvorbu kryštálov? 4. Ako sa môžeme zbaviť zbytkov rozpúšťadla v kryštalizovanej zlúčenine? 5. Napište vzorec kyseliny benzoovej a charakterizujte uvedenú zlúčeninu. |

Jednoduchá destilácia znečisteného organického rozpúšťadla

Teoretická časť



Jednoduchá destilácia je separačná a izolačná metóda, ktorá sa používa na čistenie alebo oddelenie kvapalín s teplotou varu 40 – 150 °C. Ako destilačné banky sa používajú banky s guľatým dnom a na kondenzáciu pár sa používa Liebigov chladič, v ktorom voda preteká vzostupne, teda opačným smerom ako kondenzovaná kvapalina. Pary by mali kondenzovať v prvých dvoch tretinách chladiča. Pri zahriatí kvapaliny by sa nemalo zabudnúť na použitie varných kamienkov alebo magnetického miešadielka.

Na začiatku destilácie sa teplota pár rýchlo zvyšuje, pričom sa do zbernej banky odoberá destilát tzv. predkvap. Keď sa teplota varu ustáli na teplotu varu destilovaného rozpúšťadla, tak sa zberná banka vymení a zachytáva sa čistý destilát, ktorý sa odoberá do prudkého zvýšenia teploty alebo kým nezostane v destilačnej banke len malý zvyšok destilovaného rozpúšťadla.

Pri destilácii éterov je potrebné nechať v destilačnej banke aspoň 20 % objemu banky. Po skončení destilácie sa najskôr vypne ohrievanie. Ak je kúpeľ, tak sa odstráni a po vychladnutí sa zastaví prítok vody do chladiča. Následne je možné aparatúru rozobrať.

Použité
východiskové látky



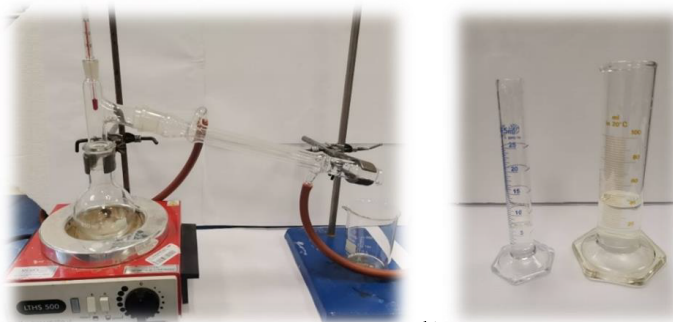
acetón, varné kamienky

Postup práce



1. Do 250 ml varnej banky dáme 50 ml znečisteného rozpúšťadla (acetón) a pridáme 2 – 3 varné kamienky.
2. Nasadíme Liebigov chladič s teplomerom a zahrievame k varu.
3. Do jednej kadičky zachytávame predkvap a do druhej kadičky destilát.
4. Pomocou odmerného valca zmeriame objem predkvapu a objem destilátu.

Fotodokumentácia

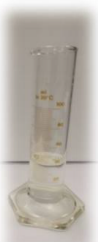


a)

b)

Obrázok 13. Jednoduchá destilácia znečisteného organického rozpúšťadla: a) Destilácia znečisteného acetónu; b) výsledok jednoduchej destilácie – objem získaného predkvapu a čistého acetónu.

Pozorovanie



Po zahriatí znečisteného acetónu na teplotu varu sme pozorovali kondenzáciu pár na chladiči. Prvá kvapka bola pozorovaná pri teplote 53 °C. Čistý destilát, v našom prípade acetón, bol odoberaný pri teplote 56 °C. Acetón, ktorý sme získali po jednoduchej destilácii bol bezfarebná kvapalina.

Obrázok 14. Vydestilovaný acetón.

Experimentálne výsledky



$$V_{(\text{predkvap})} = 6,5 \text{ ml}$$

$$V_{(\text{acetón})} = 40 \text{ ml}$$

$$t_v (\text{acetón}) = 56,2 \text{ } ^\circ\text{C} \dots \text{ tabuľková hodnota}$$

$$t_v (\text{acetón}) = 56 \text{ } ^\circ\text{C} \dots \text{ experimentálna hodnota}$$

Záver



Použitím jednoduchej destilácie sa nám podarilo prečistiť znečistený acetón. Objem predkvapu, ktorý sme odobrali bol 6,5 ml a získaný objem čistého acetónu bol 40 ml. Tabuľková hodnota teploty acetónu je 56,2 °C, čo sa nám zhodovalo s hodnotou teploty varu, ktorá bola získaná experimentálne.

Kontrolné otázky



1. Definujte stručne princíp jednoduchej destilácie.
2. Ktorá známa fyzikálna veličina / veličiny sa používa / používajú na charakterizáciu kvapalných látok?
3. Aká je tabuľková hodnota teploty varu acetónu?
4. Vysvetlite pojem predkvap.
5. Aký chladič sa používa na jednoduchú destiláciu?
6. Charakterizujte acetón ako organickú zlúčeninu. Napíšte vzorec.

Jednoduchá destilácia zmesi dvoch organických rozpúšťadiel

Teoretická časť



Jednoduchá destilácia je laboratórna metóda, ktorá sa používa na čistenie alebo oddelenie kvapalín s teplotou varu 40 – 150 °C. Použitím jednoduchej destilácie je možné nielen prečistiť znečistené rozpúšťadlo, ale aj oddeliť zmes dvoch kvapalín – napríklad acetónu a vody.

Postup v prípade jednoduchej destilácie zmesi dvoch kvapalín je rovnaký ako v predchádzajúcej úlohe, kde bola uskutočnená destilácia znečisteného acetónu. Na začiatku destilácie sa teplota pár rýchlo zvyšuje. Do zbernej banky sa odoberá opäť predkvap a keď sa teplota varu ustáli na teplotu varu destilovaného rozpúšťadla (napríklad acetónu), tak sa zberná banka vymení a zachytáva sa čistý destilát, ktorý sa odoberá do prudkého zvýšenia teploty (v našom prípade teploty varu vody). Destilácia sa ukončí, keď v destilačnej banke zostane len malý zvyšok destilovaného rozpúšťadla.

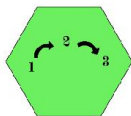
Iné destilačné techniky, ktoré sa používajú okrem jednoduchej destilácie sú napríklad rektifikácia, ktorá sa líši od aparatúry na jednoduchú destiláciu tým, že sa zavedie do aparatúry medzi destilačnú banku a chladič rektifikačná kolóna, ktorá robí proces destilácie účinnejší. V praxi sa používa aj destilácia za zníženého tlaku, či destilácia vodnou parou.

Použité
východiskové látky



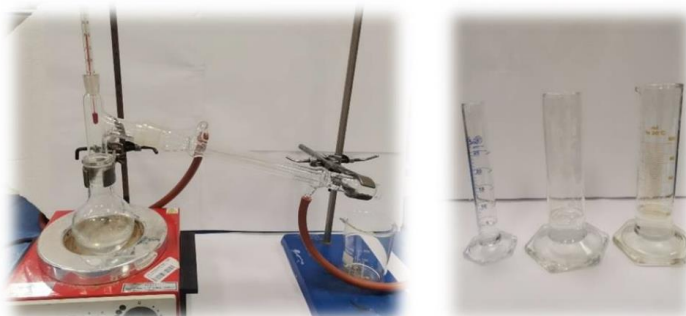
acetón, voda, varné kamienky

Postup práce



1. Do 250 ml varnej banky dáme 50 ml zmesi acetón a voda v pomere 1:1.
2. Pridáme 2 – 3 varné kamienky, nasadíme Liebigov chladič s teplomerom a zahrievame k varu.
3. Do jednej kadičky zachytávame predkvap, do druhej kadičky vydestilovaný acetón a do tretej kadičky vodu.
4. Pomocou odmerného valca zmeriame objem predkvapu, acetónu a vody.

Fotodokumentácia



a)

b)




Obrázok 15. Jednoduchá destilácia zmesi dvoch organických rozpúšťadiel: a) Destilácia zmesi acetónu a vody; b) výsledok jednoduchej destilácie – objem získaného predkvapu, čistého acetónu a vody v uvedenom poradí.

Pozorovanie



Obrázok 16.
Vydestilovaný acetón a voda.

Po zahriatí zmesi acetónu a vody v pomere 1:1 na teplotu varu sme pozorovali kondenzáciu pár na chladiči. Prvá kvapka bola pozorovaná pri teplote 54 °C. Acetón bol odoberaný pri teplote 56 °C. Následne teplota vystúpila pomerne rýchlo a zrazu na 100 °C a do zbernej nádoby bola odoberaná voda. Po jednoduchej destilácii bol získaný acetón a voda. Obidve rozpúšťadlá boli bezfarebná kvapalina.

| | |
|--|---|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p> $V_{(\text{predkvap})} = 4,0 \text{ ml}$ $V_{(\text{acetón})} = 25 \text{ ml}$ $V_{(\text{voda})} = 20 \text{ ml}$ $t_v (\text{acetón}) = 56,2 \text{ }^\circ\text{C}$... tabuľková hodnota $t_v (\text{acetón}) = 56 \text{ }^\circ\text{C}$... experimentálna hodnota $t_v (\text{voda}) = 100 \text{ }^\circ\text{C}$... tabuľková hodnota $t_v (\text{voda}) = 100 \text{ }^\circ\text{C}$... experimentálna hodnota </p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Použitím jednoduchovej destilácie sa nám podarilo rozdeliť zmes acetónu a vody. Objem predkvapu, ktorý sme odobrali bol 4,0 ml, získaný objem čistého acetónu bol 25 ml a objem vody 20 ml. Tabuľková hodnota teploty acetónu je 56,2 °C, čo sa nám zhodovalo s hodnotou teploty varu, ktorá bola získaná experimentálne. Tabuľková hodnota teploty vody je 100 °C, čo sa nám zhodovalo s hodnotou teploty varu, ktorá bola získaná experimentálne.</p> <p>Jednoduchou destiláciou je možné oddeliť acetón od vody, čo sme si overili daným laboratórnym evičením.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Akou laboratórnou metódou je možné oddeliť zmes dvoch kvapalín? 2. Uveďte príklady destilačných techník, ktoré poznáte. 3. Charakterizujte použité rozpúšťadlá a napíšte ich vzorce. |

Extrakcia kryštálovej violete z vodného roztoku

Teoretická časť



Extrakcia je metóda používaná v laboratóriu na separáciu organických látok. Tie môžu byť separované z rôznych zmesí, prípadne z prírodných materiálov použitím vhodného rozpúšťadla. Daná metóda je založená na pretrepávaní vodného roztoku alebo suspenzie rozpúšťadlom, v ktorom sa organická zlúčenina rozpúšťa. S vodou by sa však miešať nemala.

Medzi organickou a vodnou fázou sa ustáli rovnováha. Extrahovaná látka sa rozdelí na základe Nernstovho rozdeľovacieho zákona, ktorý vyjadruje pomer koncentrácií danej látky v dvoch vzájomne nemiešateľných kvapalinách pri určitej teplote. Po dosiahnutí rovnováhy je tento pomer konštantný. Koncentrácie v oboch rozpúšťadlách sú úmerné jej rozpustnostiam, pričom ich pomer je pri danej teplote nemenný.

$$K_T = \frac{c_o}{c_v} = \frac{s_o}{s_v}$$

c_o = koncentrácia látky v organickom rozpúšťadle,


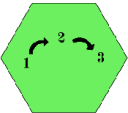
c_v = koncentrácia látky vo vode,

s_o = rozpustnosť látky v organickom rozpúšťadle,

s_v = rozpustnosť látky vo vode.

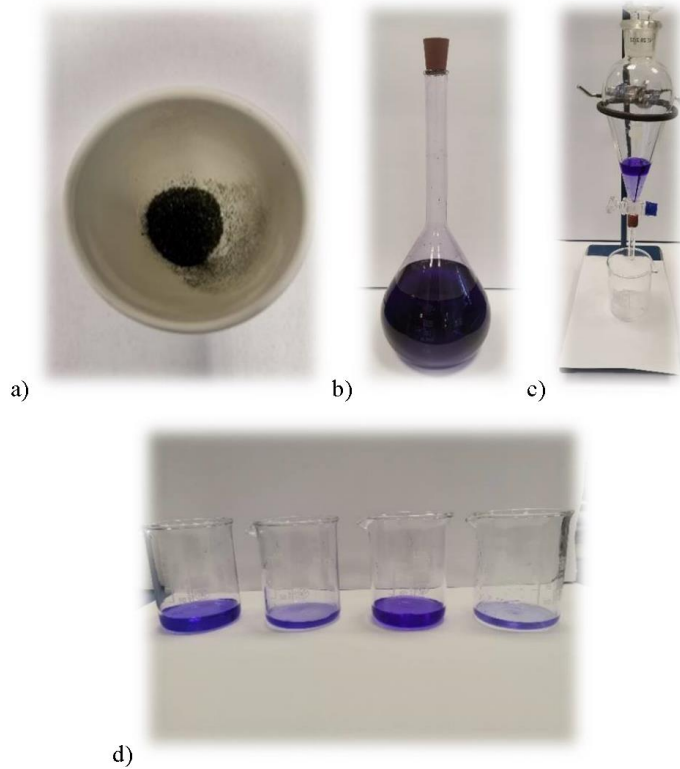
Vhodné rozpúšťadlo na extrakciu sa vyberá podľa rôznych faktorov. Zohľadňuje sa napríklad rozpustnosť extrahovanej látky v danom rozpúšťadle a jeho teplota varu.

Jednoduchá extrakcia sa uskutočňuje v oddeľovacom lieviku, ktorý môže byť naplnený roztokmi iba do objemu 2/3. Po pretrepaní zmesi je potrebné dať si pozor na vznik pretlaku, ktorý sa uvoľňuje, preto je potrebné po prevrátení lievika daný lievik okamžite otvoriť a zavrieť. Keď sa v oddeľovacom lieviku vytvorí ostré rozhranie – oddelí sa vodná a organická fáza, tak spodnú vrstvu vypúšťame cez stopku lievika, kým vrchnú vrstvu cez hrdlo lievika.

| | |
|---|--|
| | <p>Ak vznikne počas extrakcie emulzia na rozhraní fáz, emulziu môžeme odstrániť rozvúrením kvapalín použitím napríklad sklenej tyčinky. Na uvedený účel sa používa tiež nasýtenie vodnej vrstvy použitím NaCl (vysoľovanie), centrifugácia, alebo sa jednoducho predĺži čas stávia obidvoch vrstiev.</p> <p>Pri porovnaní jednorázovej a opakovanej (viacnásobnej) extrakcie musíme konštatovať, že je viacnásobná extrakcia účinnejšia a efektívnejšia, nakoľko sa väčšie množstvo látky dostane do požadovanej fázy. V prípade extrakcie vodného roztoku kryštálovej violete uvažujeme nad pretrepávaním do organickej fázy.</p> |
| <p>Použité východiskové látky</p>  | <p>kryštálová violet, chloroform, voda</p> |
| <p>Postup práce</p>  | <p><u>Jednorázová extrakcia:</u></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Do oddeľovacieho lievika pridáme 9 ml chloroformu a 9 ml vopred pripraveného vodného roztoku kryštálovej violete. Zmes pretrepeme a oddeľovací lievik vložíme do kruhu, ktorý je upevnený na stojane. 2. Po vzniku ostrého rozhrania medzi vodnou a organickou fázou, vypustíme spodnú fázu do jednej kadičky a vrchnú fázu do druhej kadičky. <p><u>Viacnásobná extrakcia:</u></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Do oddeľovacieho lievika pridáme 9 ml vopred pripraveného vodného roztoku kryštálovej violete a 3 ml chloroformu. Pretrepeme a oddeľovací lievik vložíme do kruhu, ktorý je upevnený na stojane. 2. Po vzniku ostrého rozhrania medzi vodnou a organickou fázou, vodná vrstva zostáva v oddeľovacom lieviku a organickú vrstvu vlieme do samostatnej kadičky. 3. K vodnej vrstve pridáme 3 ml chloroformu, pretrepeme a organickú vrstvu pridáme do rovnakej kadičky. Postup ešte raz opakujeme. |

4. Vodnú vrstvu nakoniec prelejeme do kadičky.
5. Porovnávame intenzitu vodných a organických fáz po jednorázovej a viacnásobnej extrakcii.

Fotodokumentácia



Obrázok 17. Extrakcia kryštálovej violeť: a) kryštálová violeť; b) vodný roztok kryštálovej violeť; c) extrakcia vodného roztoku kryštálovej violeť s chloroformom; d) naľavo organická fáza a vodná fáza po jednorázovej extrakcii, vpravo organická fáza a vodná fáza vo viacnásobnej extrakcii.

| | |
|--|---|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Obrázok 18. Porovnanie organických a vodných fáz.</p> <p>Kryštálová violet' je kryštalická látka fialovej farby. Vodný roztok kryštálovej violete je tmavofialovej farby. Pri porovnaní organickej fázy po jednorázovej a viacnásobnej extrakcii (kadička 1 a kadička 3), môžeme vidieť tmavofialové sfarbenie roztokov, čo znamená, že pretrepávaním sa kryštálová violet' dostala do chloroformu. Pri porovnaní vodných vrstiev po jednorázovej a viacnásobnej extrakcii (kadička 2 a kadička 4) môžeme vidieť, že vodná fáza je po jednorázovej extrakcii tmavšia ako vodná fáza po viacnásobnej extrakcii.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Viacnásobnou extrakciou (opakovanou) sme získali lepšie výsledky, čo sme usúdili porovnaním vodných fáz po jednorázovej a viacnásobnej extrakcii. V prípade opakovanej extrakcie nám prešlo väčšie množstvo kryštálovej violete do organickej fázy.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Viacnásobná (opakovaná) extrakcia je účinnejšia ako jednorázová extrakcia.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Vysvetlite stručne princíp extrakcie. 2. Akými spôsobmi môžeme rozrušiť vzniknutú nechcenú emulziu pri extrakcii? 3. Napíšte vzorec chloroformu. 4. Ktorá z extrakcií je účinnejšia – jednorázová alebo viacnásobná? Vysvetlite ktorá a uveďte dôvod prečo je účinnejšia. |

Extrakcia zmesi použitím kyslých a bázičkých vodných roztokov

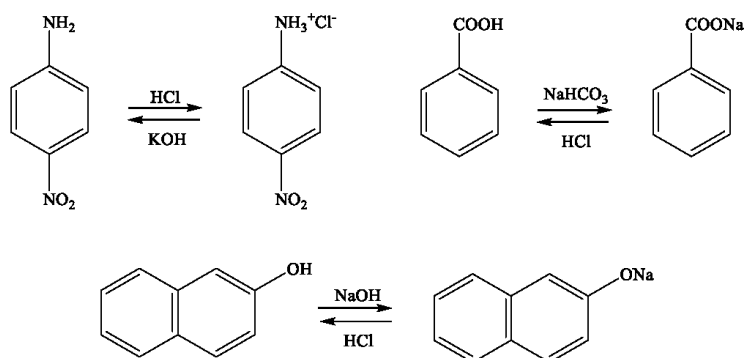
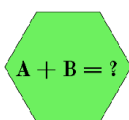
Teoretická časť



Niektoré organické zlúčeniny vieme separovať aj z ich zmesí použitím kyslých alebo bázičkých roztokov. Tie reagujú s organickou zlúčeninou na jej soľ, ktorá je rozpustná vo vode, avšak je nerozpustná v organickom rozpúšťadle. Použitím vodných roztokov alkalických hydroxidov, ako sú napríklad NaOH, či KOH, vieme od seba selektívne oddeliť karboxylové kyseliny a fenoly za vzniku fenolátov. Vodný roztok NaHCO₃ síce reaguje s karboxylovými kyselinami za vzniku sodných solí, no nie je dosť bázičkový na vytvorenie fenolátov. Bázičké zlúčeniny pre zmenu reagujú s vodným roztokom HCl na príslušné soli, ktoré sú tiež rozpustné vo vode. Podstatné je však to, že vieme získať z vodných roztokov soli späť pôvodné karboxylové kyseliny a fenoly použitím zriedenej kyseliny a naopak amíny použitím zriedeného roztoku bázy.

V úlohe bude extrahovaná zmes látok, ktorá by mohla obsahovať kyselinu benzoovú, β -naftol, *p*-nitroanilín. Úlohou študentov bude zistiť, ktoré látky obsahovala ich zmes.

Reakčná schéma

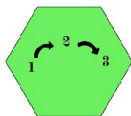


Použitá
východiskové látky



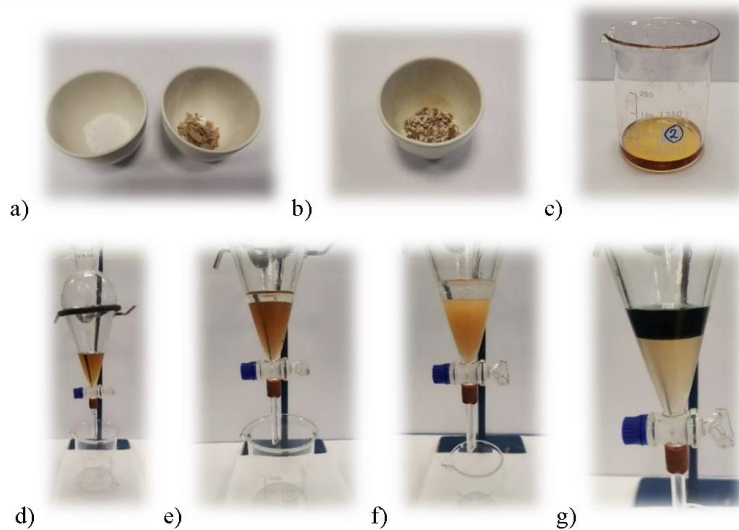
kyselina benzoová, β -naftol, *p*-nitroanilín, HCl, KOH, NaHCO₃, voda

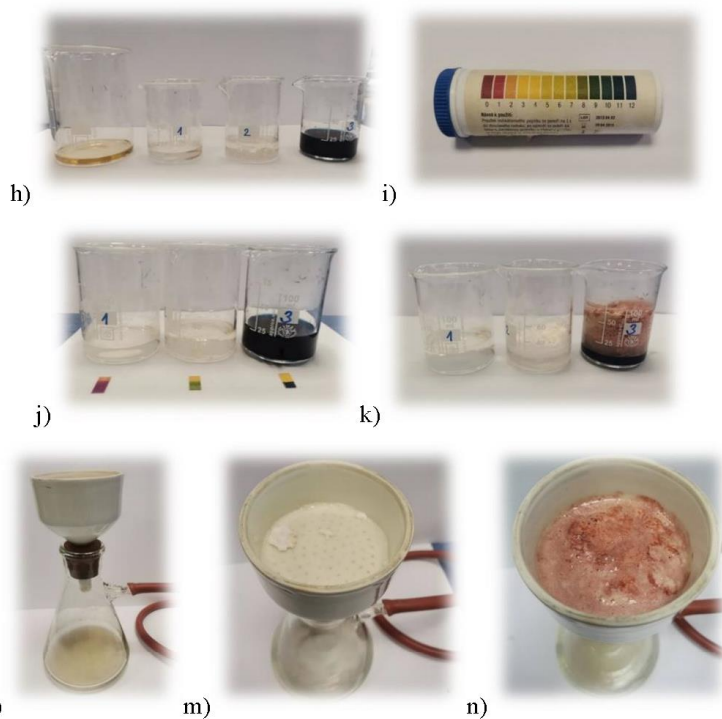
Postup práce



1. Neznámu vzorku o hmotnosti 0,5 g rozpustíme v 15 ml chloroformu.
2. Chloroformovú vrstvu extrahujeme dvakrát so 6 ml 20 % vodným roztokom HCl. Vodné vrstvy po oboch extrakciách spojíme a odložíme (označíme si číslom 1).
3. Chloroformovú vrstvu extrahujeme dvakrát s 12 ml 10 % vodným roztokom NaHCO₃. Vodné vrstvy po oboch extrakciách spojíme a odložíme (označíme si číslom 2).
4. Chloroformovú vrstvu extrahujeme dvakrát s 12 ml 10 % vodným roztokom NaOH. Vodné vrstvy po oboch extrakciách spojíme a odložíme (označíme si číslom 3).
5. Chloroformovú vrstvu odložíme do samostatnej kadičky.
6. Vodné vrstvy v kadičkách, ktoré sme si označili číslami 1, 2 a 3 neutralizujeme použitím 20 % vodných roztokov HCl a NaOH. Na určenie pH použijeme univerzálny indikátorový papierik so stupnicou pH = 1 – 12.
7. Vzniknuté zrazeniny odfiltrujeme cez Büchnerov lievnik, vysušíme a stanovíme ich hmotnosť.

Fotodokumentácia





Obrázok 19. Extrakcia zmesi použitím kyslých a bázických vodných roztokov: a) východiskové látky (kyselina benzoová a β -naftol); b) neznáma zmes látok; c) neznáma látka rozpustená v chloroforme; d) chloroformová vrstva v oddeľovacom lieviku; e) extrakcia chloroformovej vrstvy s 20 % vodným roztokom HCl; f) extrakcia chloroformovej vrstvy s 10 % vodným roztokom NaHCO₃; g) extrakcia chloroformovej vrstvy s 10 % vodným roztokom NaOH; h) chloroformová vrstva a vodné vrstvy 1, 2, 3 po extrakcii; i) stupnica pH – univerzálne indikátorové papieriky; j) vodné fázy – pH; k) neutralizácia vodných roztokov 1, 2 a 3 – vznik zrazenín; l) filtrácia cez Büchnerov lievnik; m) produkt po extrakcii – kyselina benzoová; n) produkt po extrakcii – β -naftol.

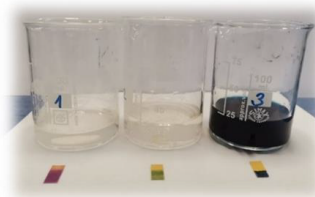
Pozorovanie



Obrázok 20.
Neznáma zmes.

Neznáma zmes látok, ktorá bola pripravená na extrakciu, bola pevného skupenstva a obsahovala častice bielej a hnedej farby.

Pri meraní pH použitím univerzálnych indikátorových papierikov sme mohli vidieť, že vodný roztok 1 bol kyslý a vodné roztoky 2 a 3 boli zásadité, a preto sme roztok číslo 1 neutralizovali použitím bázy a roztok číslo 2 a 3 použitím kyseliny.



Obrázok 21.
Meranie pH vodných fáz.



Obrázok 22.
Kyselina benzoová.

Po neutralizácii vodných roztokov sme pozorovali vznik zrazenín. Pripravená kyselina benzoová bola biela kryštalická látka. β -naftol bol jemne ružovej až bledohnedej farby.



Obrázok 23.
 β -naftol.

Experimentálne
výsledky



m_{EXP} (kyselina benzoová) = 0,20 g

m_{EXP} (β -naftol) = 0,17 g

Kontrolné otázky



1. Uvažujme, že by neznáma zmes látok mohla obsahovať kyselinu benzoovú, β -naftol a p -nitroanilín. K dispozícii máte vodné roztoky HCl, NaHCO_3 a NaOH. Napíšte chemické rovnice vyjadrujúce izoláciu daných zlúčenín z ich zmesi vo forme solí.
2. Napíšte neutralizačné rovnice vyplývajúce z kontrolnej *Otázky 1*. K dispozícii máte vodné roztoky HCl a KOH.
3. Napíšte štruktúrne vzorce uvedených zlúčenín: kyselina benzoová, β -naftol a p -nitroanilín.
4. Definujte pH a univerzálny indikátorový papierik.
5. Použitím akej bázy by ste od seba oddelili alifatické a aromatické kyseliny?
6. Prečo sa vodný roztok NaHCO_3 nepoužíva na prípravu fenolátov?

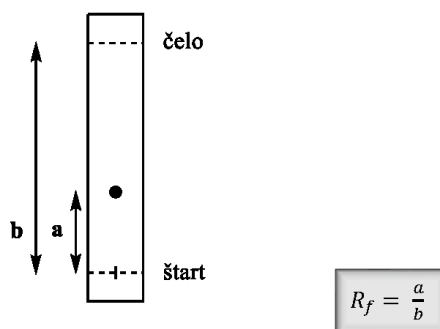
Kvalitatívne stanovenie zloženia zmesi organických zlúčenín

Teoretická časť

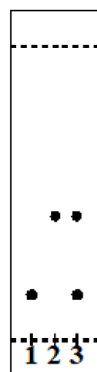


Tenkovrstvová chromatografia sa uvádza v literatúre aj pod skratkou TLC (z angl. názvu „Thin-layer chromatography“). Využíva sa v organickej chémii napríklad na určenie čistoty látok, zloženia zmesi alebo aj sledovanie priebehu reakcie. Látka sa rozpustí v menšom množstve rozpúšťadla a nanesie sa opakovane na chromatografickú platničku na jeden bod na štarte (napr. TLC silikagél 60 F254; hliníková fólia s tenkou vrstvou adsorbentu – SiO₂; UV aktívna). Chromatografická platnička sa vloží do vyvíjacej komôrky, v ktorej sa nachádza elučné činidlo a rozpúšťadlo sa nechá vzliňať, kým horizontálna línia nedosiahne 1 cm od horného okraja platničky. Po vytiahnutí platničky z komôrky sa opatrne označí čelo a rozpúšťadlo sa nechá odpariť. Látky môžu byť farebné, alebo ich vizualizujeme použitím UV lampy (ak máme UV aktívnu platničku), prípadne postriekaním platničky 5 – 10% kyseliny sírovej, či inými detekčnými činidlami v závislosti od skúmanej látky.

Retenčný faktor (R_f) je kvantitatívna hodnota, ktorú vieme získať z TLC platničky. Vyjadruje pomer vzdialenosti stredu škviny od štartu (a) k vzdialenosti čela rozpúšťadla od štartu (b). Pri rovnakých chromatografických podmienkach by mala byť daná hodnota konštantná a táto hodnota býva charakteristická pre zlúčeniny.



Obrázok 24. Ukážka TLC platničky a výpočet R_f .



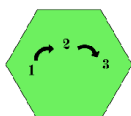
Obrázok 25. Ukážka TLC platničky – zmes látok. (1 = látka A, 2 = zmes A + B, 3 = látka B).

Použitá
výhodiskové látky



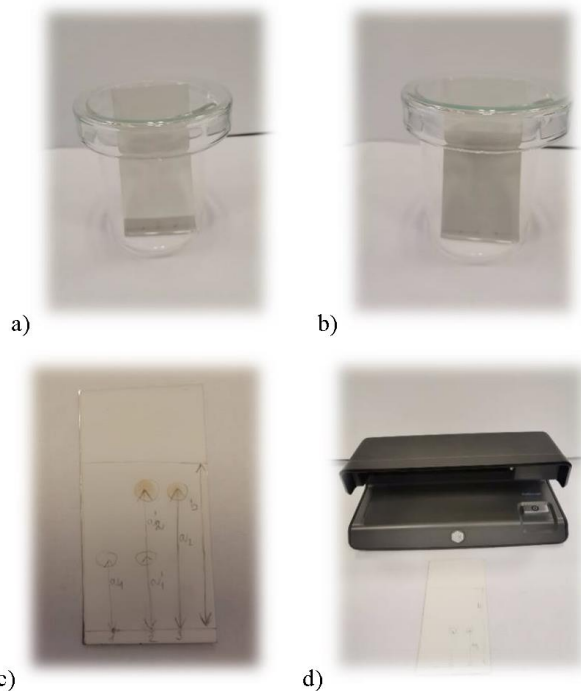
kyselina benzoová, β -naftol

Postup práce



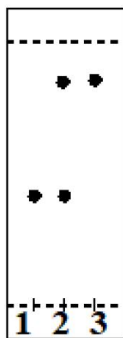
1. Pripravíme si TLC platničku – nakreslíme si štartovaciu čiaru a na štarte umiestnime 3 body označené číslami 1 – 3. Do vyvíjacej komôrky si dáme elučné činidlo: zmes hexánov : etyl-acetát v pomere 4:1.
2. Kyselinu benzoovú, β -naftol a zmes oboch látok si rozpustíme v malom množstve chloroformu.
3. Na bod 1 nanesieme kyselinu benzoovú, na bod 3 β -naftol a na bod 2 neznámu zmes z predchádzajúcej úlohy (zmes oboch látok).
4. Po nanesení látok dáme TLC platničku do vyvíjacej komôrky a čakáme, kým horizontálna línia vzliania rozpúšťadla nedosiahne 1 cm od horného okraja platničky.
5. Platničku vyberieme a necháme vysušiť.
6. Výsledok TLC chromatografie pozorujeme voľným okom a pod UV lampou.

Fotodokumentácia






Obrázok 26. Kvalitatívne stanovenie zloženia zmesi organických zlúčenín: a) vloženie TLC platničky do vyvíjacej komôrky; b) sledovanie vzliania elučného činidla; c) finálna TLC platnička; d) UV lampa.

Pozorovanie






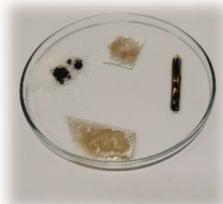



Obrázok 27.
TLC
platnička.

Po nanesení jednotlivých vzoriek na TLC platničku sme vložili platničku do vyvíjacej komory, kde sa nachádzalo elučné činidlo a pozorovali sme vzlianie rozpúšťadla. Platničku sme vybrali z komôrky, keď horizontálna línia dosiahla 1 cm od horného okraja platničky. Po vysušení TLC platničky sme pozorovali vznik škvŕn a porovnaním škvŕn sme zistili, že majú organické zlúčeniny charakteristické R_f hodnoty pri rovnakých chromatografických podmienkach.

| | |
|--|--|
| | <p>Kyselina benzoová bola nanesená na štarte pod číslom 1, β-naftol pod číslom 3 a neznáma zmes bola viditeľná pod číslom 2 (vzniknuté škvrny boli identické), pričom sme potvrdili, že neznáma zmes je zložená z kyseliny benzoovej a β-naftolu.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$R_{f1} = 0,42$ $R_{f2} = 0,85$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Použitím metódy TLC sme určili a potvrdili zloženie neznámej zmesi látok z predchádzajúcej úlohy. Neznáma zmes bola zložená z kyseliny benzoovej a β-naftolu.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Stručne definujte princíp tenkovrstvovej chromatografie. 2. Za akým účelom sa používa tenkovrstvová chromatografia v organickej chémii? 3. Vysvetlite pojem retenčný faktor. 4. Ako vypočítame hodnotu retenčného faktora? 5. Máme neznámu zmes, ktorá môže byť zložená z viacerých látok. Ako zistíme, či sa v danej zmesi nachádza konkrétna zlúčenina? |

Dôkaz uhlíka

| | |
|---|---|
| <p>Teoretická časť</p>  | <p>Prítomnosť niektorých atómov, molekúl, či funkčných skupín v organických zlúčeninách je možné dokázať jednoduchými chemickými reakciami, ktoré môžu byť charakteristické zmenou farby, únikom plynu alebo vznikom zrazeniny a pod. Takéto rýchle reakcie sú vhodné na rýchlu demonštráciu chemických pokusov.</p> <p>Uhlík (lat. „Carboneum“) je chemický prvok, ktorý sa v Periodickej tabuľke prvkov nachádza v IV.A skupine a 2. perióde. Jeho značka je C, má 4 väzby a jeho protonové číslo je 6. Uhlík tvorí základnú stavebnú časť všetkých organických zlúčenín a tým aj všetkých živých organizmov. Uhlík je nepriehľadný a tuhý prvok, ktorý v prírode najčastejšie sa vyskytuje ako grafit alebo diamant. Má významné fyzikálne a chemické vlastnosti ako napríklad vysokú teplotnú stabilitu a nízku reaktivitu. Jeho jedinečné vlastnosti sú základom pre výrobu materiálov ako grafitové a diamantové elektródy, či uhlíkové vlákna používané v leteckom priemysle. Uhlík je tiež kľúčovým prvkom v procesoch spaľovania fosílnych palív a v klimatických zmenách.</p> |
| <p>Použitá východisková látka</p>  | <p>cukor, špajdľa, filtračný papier, vreckovka, H_2SO_4</p> |
| <p>Postup práce</p>  | <ol style="list-style-type: none">1. Do Petriho misky si dáme malé množstvo cukru, špajdľu, vreckovku a filtračný papier.2. Na vyššie uvedené vzorky opatrne prikvapkáme koncentrovanú kyselinu sírovú a pozorujeme zmeny. |

| | |
|--|---|
| <p>Fotodokumentácia</p>  |  <p>a) b) c)</p> <p>Obrázok 28. Dôkaz uhlíka: a) vzorky: cukor, špajdľa, vreckovka, filtračný papier; b) prídanie kyseliny sírovej do vzoriek; c) vzorky po prídání kyseliny po cca 10 min.</p> |
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po prídání malého množstva (pár kvapiek) kyseliny sírovej na cukor, špajdľu, vreckovku a filtračný papier sme mohli pozorovať, že sa zafarbili na hnedo.</p> <p>Obrázok 29. Pozorovanie východiskových látok po prídání kyseliny sírovej.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Dokázaná bola prítomnosť uhlíka vo vzorkách: cukor, špajdľa, vreckovka a filtračný papier.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Prítomnosť uhlíka vo vzorkách cukor, špajdľa, vreckovka a filtračný papier sme dokázali prídáním kyseliny sírovej ku jednotlivým vzorkám a ich následným zafarbením.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Akými metódami by ste dokázali prítomnosť uhlíka v zlúčenine? 2. Akú kyselinu je možné použiť na dôkaz uhlíka? 3. Čo ste pozorovali po prídání kyseliny sírovej k východiskovým vzorkám? |

Dôkaz dusíka – Úloha 1

Teoretická časť



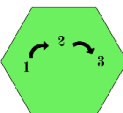
Dusík (lat. „Nitrogenium“) je chemický prvok, ktorý sa nachádza v Periodickej tabuľke prvkov v V.A skupine a 2. perióde. Má značku N a protónové číslo 7. Je to plyn bez farby a zápachu. Nezávisle od seba ho v roku 1772 objavili Daniel Rutherford a Henry Cavendish, ktorí ho nazvali jedovatým vzduchom. Antoine Lavoisier zistil, že tento plyn je zložkou vzduchu, a pretože sa v ňom žijúce organizmy dusili, pomenoval ho „azote“ (z gréčtiny „zóon“ = život, „a“ = zápor). Dusík tvorí asi 78 % zemskej atmosféry a je nevyhnutný pre život na Zemi. Využíva sa v rôznych odvetviach priemyslu, napríklad v kryotechnike na chladenie, v potravinárskom priemysle na balenie potravín pod ochrannou atmosférou a v elektronike ako ochranná atmosféra pri výrobe polovodičov. Dusík sa vyskytuje aj v mnohých organických zlúčeninách a je súčasťou bielkovín, ktoré tvoria základnú stavebnú jednotku živých organizmov.

Použitá
výhodisková látka



vlasy

Postup práce



1. Malé množstvo vlasov dáme do porcelánovej misky.
2. Porcelánovú misku s vlasmi dáme na trojnožku so sieťkou a zahrievame.
3. Pozorujeme.

| | |
|--|---|
| <p>Fotodokumentácia</p>  | <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;">   </div> <p>a) b)</p> <p>Obrázok 30. Dôkaz dusíka: a) porcelánová miska s vlasmi a jej zahrievanie; b) výsledok – vlasy v porcelánovej miske po zahriatí.</p> |
| <p>Pozorovanie</p>  | <p>Po chvíli zahrievania sme cítili nad porcelánovou miskou nepríjemný zápach.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Dokázaná bola prítomnosť dusíka vo vzorke vlasov.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Prítomnosť dusíka vo vzorke vlasov bola dokázaná zahrievaním vlasov nad plynovým kahanom, a to nepríjemným zápachom, ktorý bol spôsobený uvoľňujúcim sa dusíkom.</p> |

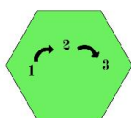
Dôkaz dusíka – Úloha 2

Použité
východiskové látky



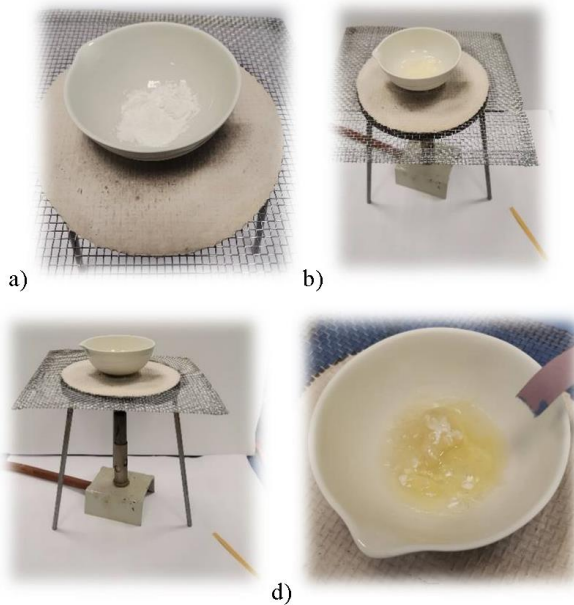
NaOH, škrob

Postup práce



1. Do porcelánovej misky si dáme lyžičku škrobu a pridáme nasýtený roztok NaOH.
2. Pripravenú zmes dobre premiešame a opatrne zahrievame.
3. Lakmusový papierik držíme nad porcelánovou miskou a sledujeme zmeny.

Fotodokumentácia



Obrázok 31. Dôkaz dusíka: a) porcelánová miska so škrobom; b) prídavok nasýteného roztoku NaOH; c) zahrievanie; d) priloženie lakmusového papierika a sledovanie jeho sfarbenia.

| | |
|--|--|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po zahrievaní zmesi sa nám začal uvoľňovať dusík, čo sme pozorovali modrým sfarbením lakmusového papierika.</p> <p>Obrázok 32. Pozorovanie prítomnosti dusíka použitím lakmusového papierika.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Dokázaná bola prítomnosť dusíka v zmesi škrobu a nasýteného roztoku NaOH.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Prítomnosť dusíka v zmesi škrobu a nasýteného roztoku NaOH sme dokázali zahrievaním zmesi a modrým sfarbením lakmusového papierika.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Akými chemickými pokusmi vieme dokázať prítomnosť dusíka v organických zlúčeninách? 2. Aké pomôcky a chemikálie potrebujete na uskutočnenie uvedeného pokusu? 3. Vysvetlite pojem lakmusový papierik. |

Dôkaz násobnej (dvojitej) väzby

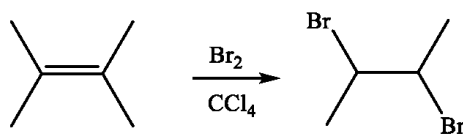
Teoretická časť



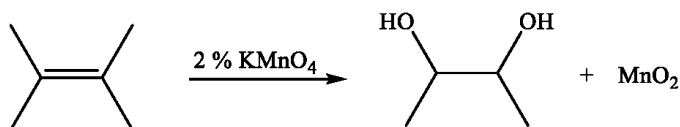
Alkény sú organické zlúčeniny, ktoré obsahujú dvojitú väzbu. Uhlíky tvoriace dvojitú väzbu majú sp^2 hybridizáciu.

Na dôkaz dvojitej väzby sa najčastejšie používa:

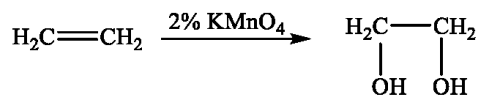
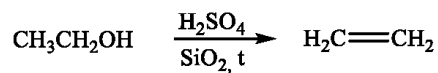
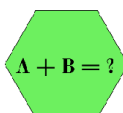
- a) reakcia s brómom, kedy sa látka rozpustí v malom množstve chloroformu a za stáleho miešania sa pomaly prikvapáva 5 % roztok brómu v CHCl_3 . V prípade pozitívnej reakcie sa červený roztok brómu odfarbí.



- b) reakcia s 2 % KMnO_4 vo vode, ktorý sa pridáva ku skúmanej látke. V prípade pozitívnej reakcie sa fialový roztok manganistanu draselného odfarbí a vzniká MnO_2 vo forme tmavohnedej zrazeniny.



Reakčná schéma

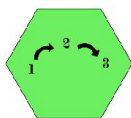


Použitá
východiskové látky



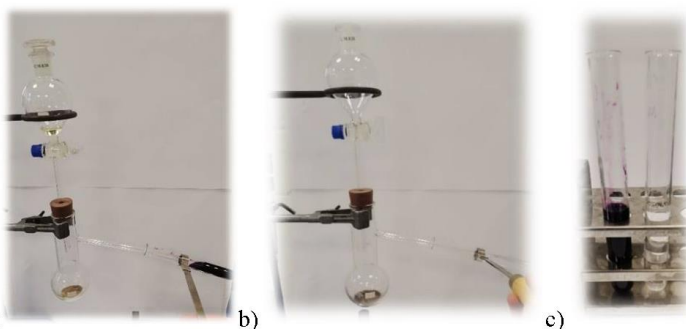
piesok, etanol, kyselina sírová, KMnO_4

Postup práce



1. Do frakčnej banky si nasypane piesok.
2. Do kadičky si napipetujeme 1 ml etanolu a 2,5 ml kyseliny sírovej.
3. Obsah kadičky preniesieme do oddeľovacieho lievika, ktorý upevníme na frakčnú banku.
4. Frakčnú banku zahrievame a opatrne prikvapkávame zmes etanolu a kyseliny sírovej.
5. Do skúmavky si prelejeme pripravený 2% roztok KMnO_4 .
6. Skúmavku priložíme k ústiu frakčnej banky a sledujeme zmeny.

Fotodokumentácia



a) b) c)




Obrázok 33. Dôkaz násobnej (dvojitej) väzby: a) aparátúra na dôkaz dvojitej väzby v eténe so skúmavkou 2 % KMnO_4 ; b) zmena sfarbenia roztoku 2 % KMnO_4 ; c) porovnanie sfarbenia roztoku 2 % KMnO_4 pred (vľavo) a po zachytávaní eténu (vpravo).

Pozorovanie



Vznikajúci etén sme zachytávali do skúmavky s roztokom 2 % KMnO_4 , ktorá bola fialovej farby. Prítomnosť násobnej (dvojitej) väzby v eténe sme dokázali odfarbením roztokom 2 % KMnO_4 .

**Obrázok 34.
Pozorovanie odfarbenia roztoku.**

| | |
|--|---|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <div style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto;"> $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}_2$ </div> <p>Reakciou etanolu s koncentrovanou kyselinou sírovou v prítomnosti SiO_2 sme pripravili etén, ktorý reaguje s 2 % KMnO_4, pretože obsahuje dvojitú väzbu.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Reakciou eténu s 2 % roztokom KMnO_4 vo vode sme dokázali prítomnosť dvojitej väzby.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Aký typ reakcií vo všeobecnosti sa používa na dôkaz násobnej väzby? 2. Akými reakciami by ste dokázali prítomnosť dvojitej väzby v zlúčenine? Napište všeobecné reakcie. |

Dôkaz násobnej (trojitej) väzby

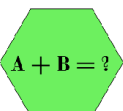
Teoretická časť



Alkíny sú organické zlúčeniny, ktoré obsahujú trojitú väzbu. Uhlíky tvoriace trojitú väzbu majú *sp* hybridizáciu. Alkíny majú všeobecný vzorec C_nH_{2n-2} a vyznačujú sa vyššou reaktivitou v porovnaní s alkénmi a alkánmi kvôli prítomnosti trojitej väzby. Vďaka tejto väzbe môžu poskytovať rôzne reakcie, napríklad adičné reakcie, reakcie s halogénmi.

Reakcia CaC_2 s vodou je exotermická. Vzniká acetylén (etín), ktorý má vzorec C_2H_2 . Priloženie tlejúcej špajdle k ústiu Erlenmeyerovej banky s acetylénom spôsobí tvorbu charakteristického svetla, ktoré je spôsobené plazmou vytvorenou vysokým teplom zoradených atómov uhlíka a vodíka.

Reakčná schéma

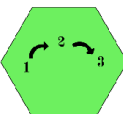


Použitie
východiskové látky



CaC_2 , voda so saponátom

Postup práce



1. Do Erlenmeyerovej banky si pripravíme vodu so saponátom a vhodíme do nej kúsok CaC_2 .
2. Necháme prebehnúť reakciu a k ústiu Erlenmeyerovej banky priložíme tlejúcu špajdľu.
3. Pozorujeme.

Fotodokumentácia



a)

b)

c)

Obrázok 35. Dôkaz násobnej (trojitej) väzby: a) voda so saponátom v Erlenmeyerovej banke; b) prídanie CaC_2 ; c) priloženie tlejúcej špajdle.

Pozorovanie



Po vhodení karbidu vápenatého do Erlenmeyerovej banky s vodou, ktorá obsahuje tenzid napr. Jar sme pozorovali, že nám obsah banky začal kypieť. Po priložení tlejúcej špajdle ku kypiacej pene sa nám pena zapálila.

Obrázok 36. Dôkaz trojitej väzby.

Experimentálne
výsledky



Reakciou CaC_2 so saponátovou vodou sme pripravili acetylén.

Záver



Acetylén je najjednoduchší alkín s trojitou väzbou. Je možné ho pripraviť reakciou karbidu vápenatého s vodou. Jeho prítomnosť je možné dokázať priložením tlejúcej špajdle ku kypiacej pene.

Kontrolné otázky



1. Definujte acetylén ako organickú zlúčeninu. Napíšte štruktúrny vzorec.
2. Akými spôsobmi je možné dokázať trojitú väzbu v zlúčenine?

Príprava kyseliny acetylsalicylovej

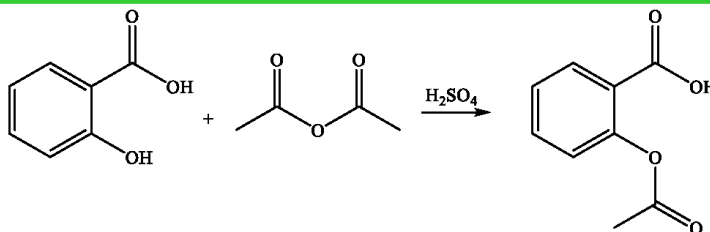
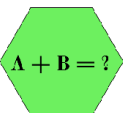
Teoretická časť



Kyselina acetylsalicylová (lat. „acidum acetylsalicylicum“) je aromatická karboxylová kyselina, derivát kyseliny salicylovej. Je účinné analgetikum (pôsobí proti bolesti), antipyretikum (proti horúčke) a potlačuje zápal (antiflogistikum). Bola prvá z tzv. nesteroidných antiflogistik. Pri dlhodobom užívaní znižuje zrážanlivosť krvi (antikoagulačný účinok). Je najstarším synteticky pripraveným liečivom, dodnes bežne používaným napr. pod obchodnými názvami Aspirin, Acylpyrin, Anopyrin, a iné.

Reakciou kyseliny salicylovej s acetanhydridom za prítomnosti kyseliny sírovej ako kyslého katalyzátora dochádza k reakcii hydroxylovej skupiny s acetanhydridom (esterifikácii), čím vzniká kyselina acetylsalicylová.

Reakčná schéma

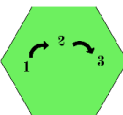


Použitie
východiskové látky



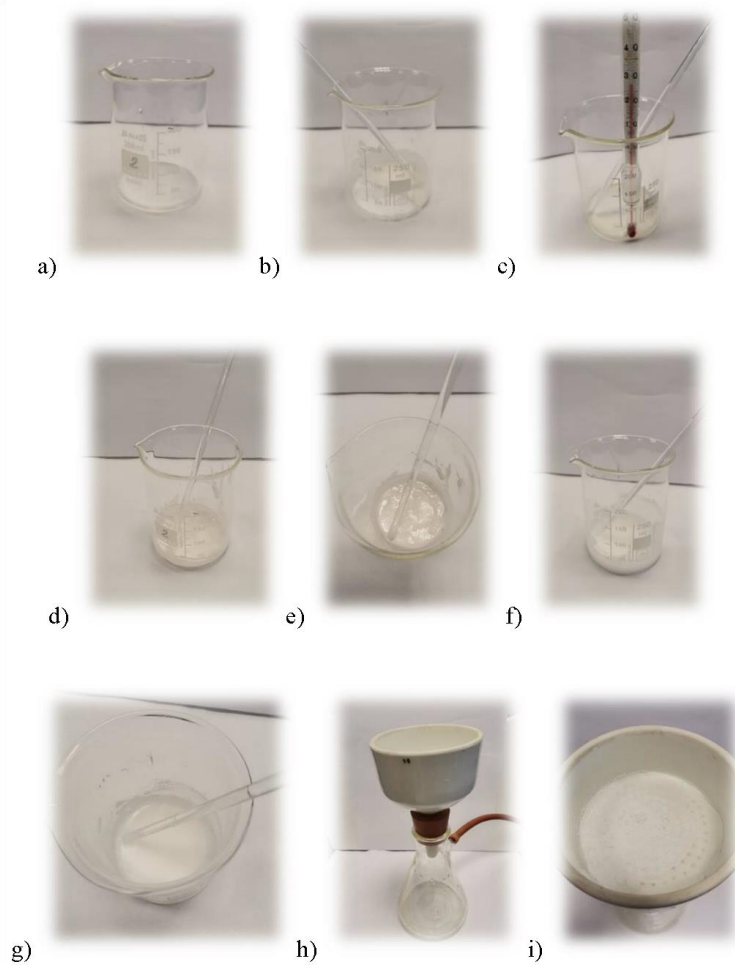
kyselina sírová, anhydrid kyseliny octovej, kyselina salicylová

Postup práce








1. Do suchej kadičky pridáme 2,5 ml anhydridu kyseliny octovej a 0,75 ml koncentrovanej H₂SO₄. Premiešame.
2. Pridáme opatrne 1,25 g kyseliny salicylovej a miešame, kým sa nerozpustí.
3. Po 10 – 15 min sledujeme stuhnutie reakčnej zmesi a pridáme 25 ml vody. Miešame.
4. Vzniknutý produkt odsajeme, vysušime a stanovíme jeho hmotnosť.

Fotodokumentácia



Obrázok 37. Príprava kyseliny acetylsalicylovej: a) anhydrid kyseliny octovej s kyselinou sírovou; b) pridanie kyseliny salicylovej; c) sledovanie teploty; d) tuhnutie zmesi – pohľad z boku; e) tuhnutie zmesi – pohľad zhora; f) pridanie vody – pohľad z boku; g) pridanie vody – pohľad zhora; h) filtrácia produktu cez Büchnerov lievnik; i) produkt reakcie – acylpyrín.

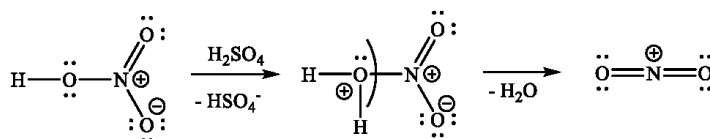
| | |
|--|---|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po pridaní kyseliny salicylovej k zmesi anhydridu kyseliny octovej a koncentrovanej kyseliny sírovej sme mohli pozorovať zahriatie reakčnej zmesi. Po niekoľkých minútach (10 – 15 min) teplota klesla na cca 30 °C a obsah banky stuhol. Pripravený produkt bol bielej farby a tuhého skupenstva.</p> <p>Obrázok 38. Acylpyrín.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$m_{EXP} = 1,3 \text{ g}$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Reakciou kyseliny salicylovej s anhydridom kyseliny octovej v prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej sme pripravili kyselinu acetylsalicylovú, známu aj ako liečivo acylpyrín.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Aké východiskové látky sa používajú na prípravu kyseliny acetylsalicylovej? 2. Napíšte reakciu prípravy kyseliny acetylsalicylovej. 3. Vysvetlite použitie kyseliny sírovej pri príprave kyseliny acetylsalicylovej. |

Príprava 1-nitronaftalénu

Teoretická časť

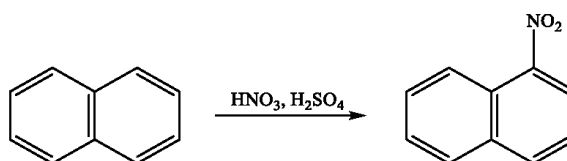
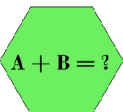


Nitrácia aromatických zlúčenín sa uskutočňuje použitím nitračnej zmesi – zmes koncentrovanej kyseliny sírovej a kyseliny dusičnej. Kyselina sírová je z pohľadu pKa hodnôt silnejšia kyselina, a tak protonizuje kyselinu dusičnú, ktorá reaguje ako báza. Po odštiepení vody sa vytvorí nitroniový kation (elektrofilná častica), ktorá reaguje s aromatickou zlúčeninou za vzniku nitroderivátu.



Pri nitrácii aromatických zlúčenín treba byť veľmi opatrný, pretože nitračná zmes je silne korozívna a výbušná. Pracuje sa s ňou v chladiacom kúpeli a postupuje sa pomaly a opatrne.

Reakčná schéma

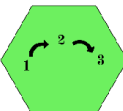


Použitá
východiskové látky



kyselina sírová, kyselina dusičná, naftalén, deionizovaná voda

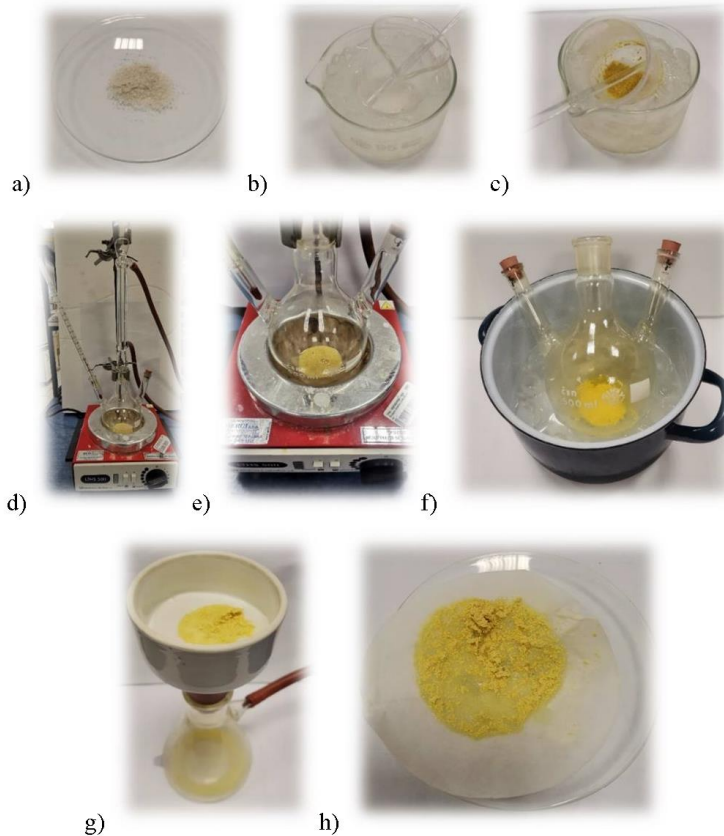
Postup práce








1. Do kadičky chladenej v ľadovom kúpeli pridáme 6 ml koncentrovanej kyseliny sírovej a opatrne pridáme 6 ml koncentrovanej kyseliny dusičnej.

2. Do pripravenej nitračnej zmesi pomaly pridávame 0,5 g naftalénu, pričom by teplota nemala vystúpiť nad 50 °C.
3. Po pridaní celého množstva naftalénu zmes prelejeme do trojhrdlej banky opatrenej teplomerom zátkou a spätným chladičom.
4. Banku zahrievame po spätným chladičom približne 30 min na teplotu 60 °C. Ak máme vodný kúpeľ, tak jeho teplotu udržujeme na 80 °C.
5. Reakčnú zmes vylejeme na 60 g ľadu a po rozpustení ľadu odsajeme 1-nitronaftalén na Büchnerovom lieviku.
6. Rekryštalizáciu môžeme uskutočniť zo 60 ml vody.
7. Vzniknuté kryštáliky vysušíme na vzduchu. Produkt odvážeme.

Fotodokumentácia



Obrázok 39. Príprava 1-nitronaftalénu: a) naftalén; b) nitračná zmes; c) pridanie naftalénu; d) zahrievanie reakčnej zmesi; e) pohľad na reakčnú zmes pri zahrievaní; f) chladenie reakčnej zmesi; g) filtrácia produktu cez Büchnerov lievik; h) produkt reakcie – 1-nitronaftalén.

| | |
|--|---|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po pridání naftalénu k reakčnej zmesi sme pozorovali zmenu sfarbenia na žltú farbu. Po zahriatí reakčnej zmesi a jej následnom ochladiení sme pomocou Büchnerovho lievika odfiltrovali finálny produkt 1-nitronaftalén, ktorý bol žltej farby a tuhého skupenstva.</p> <p>Obrázok 39. 1-nitronaftalén.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$m_{\text{exp}} = 0,53 \text{ g}$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Reakciou naftalénu s nitračnou zmesou ($\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$ v pomere 1:1 (V/V)).</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Definujte nitračnú zmes. 2. Napíšte mechanizmus nitrácie naftalénu. 3. Stručne popíšte $-\text{NO}_2$ skupinu. |

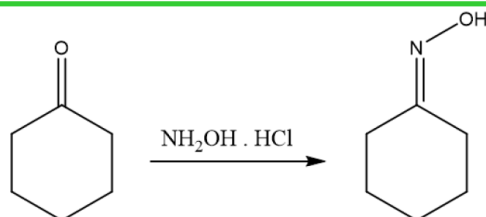
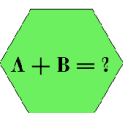
Príprava cyklohexanón-oxímu

Teoretická časť



Cyklohexanón je bezfarebné kvapalina, ktorá je užitočná ako východisková látka v organických syntézach. Ide o zlúčeninu, ktorá pomerne ľahko podlieha oxidácii, čo spôsobuje jej žltó-oranžové zafarbenie. Reakciou cyklohexanónu s vodným roztokom octanu sodného a $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (adíciou zlúčenín dusíka na karbonylové zlúčeniny) je možné pripraviť cyklohexanón-oxím. Z neho je možné pripraviť napríklad polyamidové vlákno Nylon 66.

Reakčná schéma

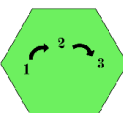


Použitie
východiskové látky



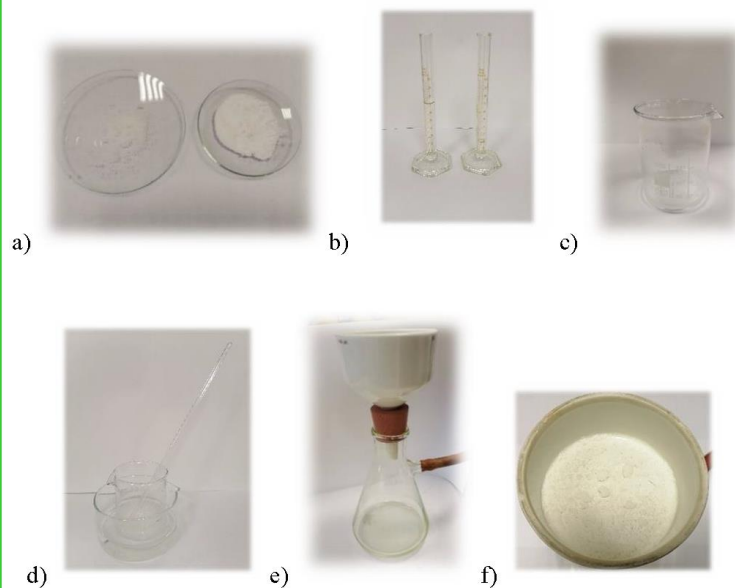
octan sodný, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, cyklohexanón, deionizovaná voda

Postup práce



1. Pripravíme si požadované množstvá východiskových látok.
2. V kadičke pripravíme roztok 1,75 g $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ a 4,0 g octanu sodného v 7 cm^3 vody.
3. Roztok chladíme v ľadovom kúpeli a postupne pridávame 1,9 cm^3 cyklohexanónu.
4. Reakčnú zmes miešame cca 10 – 15 min za stáleho chladenia.
5. Vypadnuté kryštáliky odsajeme filtráciou cez Büchnerov lievik a premyjeme ich pár ml studenej vody.
6. Stanovíme hmotnosť produktu. * Produkt je možné rekrystalizovať z etanolu.

Fotodokumentácia



Obrázok 40. Príprava cyklohexanón-oxímu: a) východiskové látky – octan sodný, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$; b) východiskové látky – deionizovaná voda, cyklohexanón; c) roztok octanu sodného a $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ vo vode; d) pridávanie cyklohexanónu do pripraveného roztoku za chladenia zmesi v ľadovom kúpeli; e) filtrácia produktu cez Büchnerov lievik; f) produkt reakcie – cyklohexanón-oxím.

Pozorovanie



Vodný roztok octanu sodného a $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ bol bezfarebný. Cyklohexanón je bezfarebná látka, ktorá v pomerne krátkej dobe podlieha oxidácii, čo sa prejavuje v praxi jej žltoranzovým zafarbením. Po pridani cyklohexanónu k vodnému roztoku octanu sodného a $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ za stáleho chladenia reakčnej zmesi v ľadovom kúpeli sme pozorovali vznik kryštálikov bielej farby. Cyklohexanón-oxím (finálny produkt) je biela kryštalická látka, ktorú sme odfiltrovali pomocou Büchnerovho lievika.



Obrázok 41.
Kryštály
cyklohexanón-oxímu.

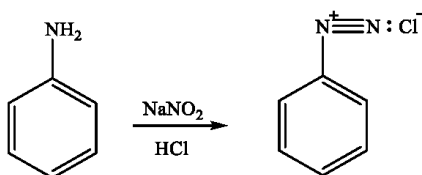
| | |
|--|--|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$m_{\text{exp}} = 0,53 \text{ g}$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Reakciou cyklohexanónu s vodným roztokom octanu sodného a $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ sme pripravili cyklohexanón-oxím.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Napište reakciu prípravy cyklohexanón-oxímu. 2. Prečo podlieha cyklohexanón oxidácii? 3. Za akým účelom sa uskutočňuje uvedená syntéza? Má cyklohexanón-oxím ďalšie využitie? |

Príprava sodnej soli Oranž II.

Teoretická časť

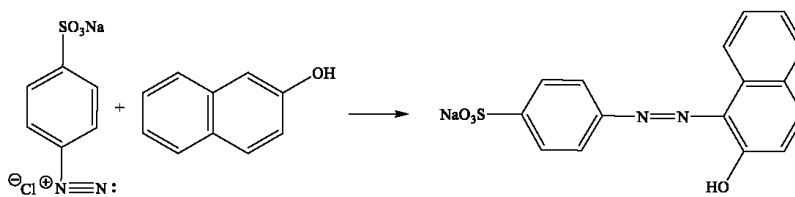
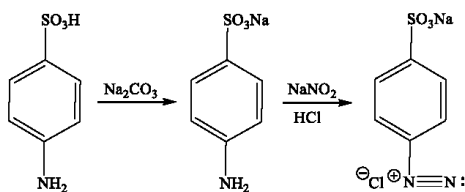
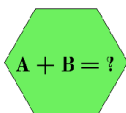


Diazotáciou aromatických aminor vznikajú diazóniové soli, ktoré sú v porovnaní s alifatickými analógmi stabilnejšie. Dôvodom je konjugácia trojitej väzby medzi atómami dusíka s aromatickým jadrom. Diazóniové soli patria k užitočným produktom v organickej syntéze. Diazoskupina sa dá substituovať inými atómami alebo skupinami.



Kopulácia je substitučná reakcia. Pri tejto reakcii vzniká väzba medzi koncovým dusíkom diazoskupiny a aromatickým uhlíkom. Keďže diazóniové soli sú slabé elektrofilné činidlá, ich reaktivitu v kopulačných reakciách zvyšuje elektrónakceptorný substituent. Reagovať však môžu s elektrónovo bohatými aromatickými zlúčeninami, najčastejšie fenolmi alebo ich soľami. Produktom reakcie sú diazénové farbivá. V našej úlohe bude pripravený natrium-4-[(2-hydroxynaftalén-1-yl)diazenyl]benzénsulfonát.

Reakčná schéma

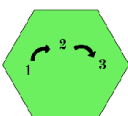


Použité
východiskové
látky



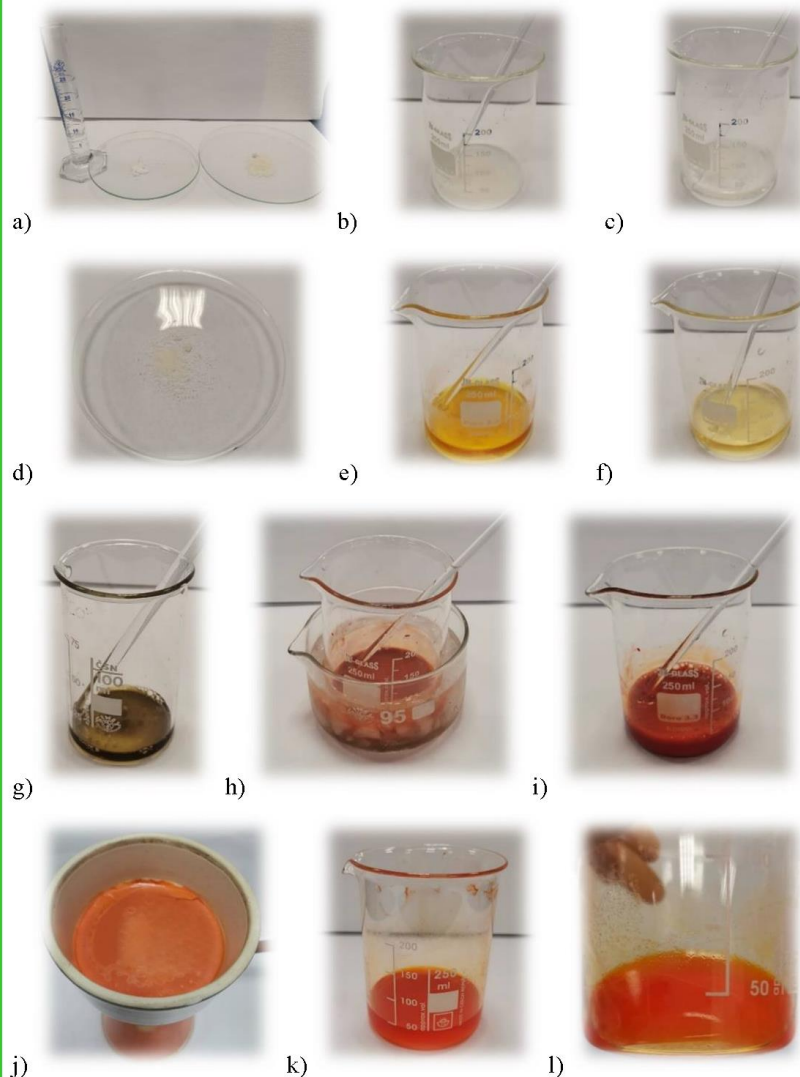
Na_2CO_3 , kyselina sulfanilová, NaNO_2 , β -naftol, NaOH , NaCl , etanol, voda

Postup práce








1. Do kadičky pridáme 8,5 ml deionizovanej vody, 0,2 g Na_2CO_3 a 0,8 g kyseliny sulfanilovej. Reakčnú zmes zahrievame až kým sa kyselina nerozpustí.
2. Zmes chladíme pod tečúcou vodou alebo vo vodnom kúpeli a pridáme 0,3 g NaNO_2 .
3. Ochladenú zmes pridáme do kadičky A, kde máme pripravený roztok zriedenej kyseliny HCl (0,75 ml HCl a 4,5 ml ľadovej vody).
4. V druhej kadičke rozpustíme 0,6 g β -naftolu a 3,5 ml 10 % roztoku NaOH a postupne ho pridáme ku zmesi v kadičke A. Miešame cca 5 minút.
5. Do roztoku pridáme 1,5 g NaCl a necháme stáť. Následne ho preniesieme chladiť do ľadového kúpeľa.
6. Pripravenú zmes prefiltrujeme cez Büchnerov lievik a premyjeme nasýteným roztokom NaCl .
7. Produkt rozpustíme v etanole a necháme kryštalizovať.

Fotodokumentácia



Obrázok 42. Príprava sodnej soli Oranž II: a) východiskové látky – voda, Na_2CO_3 a kyselina sulfanilová; b) zmes vody, Na_2CO_3 a kyseliny sulfanilovej; c) zahriatie zmesi; d) NaNO_2 ; e) prídavok NaNO_2 ; f) zmes β -naftolu a 10 % roztoku NaOH ; g) zmes po pridaní zriedeného roztoku HCl ; h) prídanie zmesi β -naftolu a 10% roztoku NaOH do kadičky A, chladenie roztoku v ľadovom kúpeli a následný prídavok NaCl ; i) pripravená reakčná zmes; j) filtrácia zmesi cez Büchnerov lievik; k) kryštalizácia produktu v etanole; l) tvorba kryštálov.

| | |
|--|--|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po pridaní kyseliny sulfanilovej do roztoku Na_2CO_3 sme mohli pozorovať, že sa kyselina sulfanilová rozpustila až po zahriatí. Po pridaní β-naftolu a 10 % roztoku NaOH do kadičky A zmenila zmes farbu na oranžovú. Finálny produkt bol v záverečnej fáze rekrystalizovaný v etanole. Výsledkom boli kryštálky oranžovej farby, ktoré sme pozorovali na stenách kadičky.</p> <p>Obrázok 43. Sodná soľ metyloranž.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Výsledkom reakcie bola príprava sodnej soli Oranž II. Sodná soľ Oranž II. má chemický názov natrium-4-[(2-hydroxynaftalén-1-yl) diazenyl]benzénsulfonátu.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Diazóniové soli slúžia ako užitočný produkt v organickej syntéze. Reakciou pripravenej diazóniovej soli s roztokom β-naftolu v zriedenom roztoku NaOH bol pripravený produkt sodná soľ Oranž II.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Akou reakciou sa pripravujú diazóniové soli? 2. Napíšte všeobecný mechanizmus prípravy diazóniových soli. 3. Napíšte reakciu prípravy sodnej soli metyloranž II. |

Príprava metyl-benzoátu

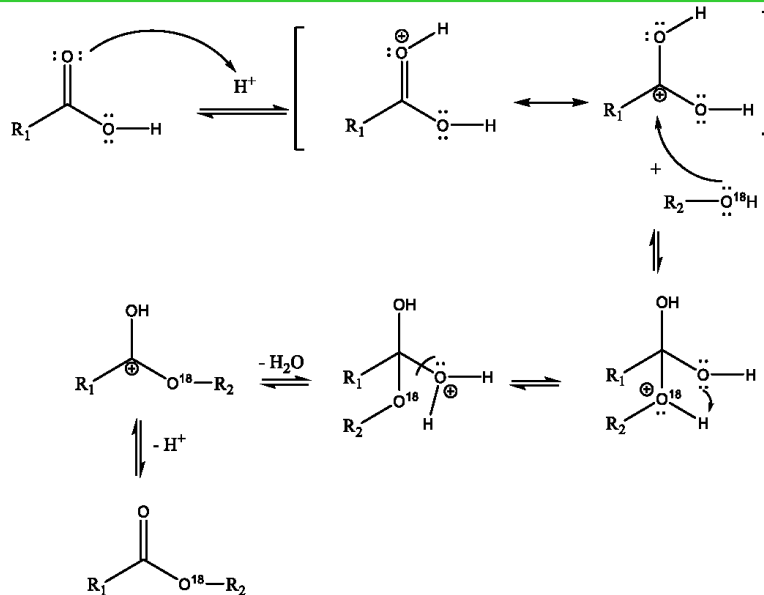
Teoretická časť



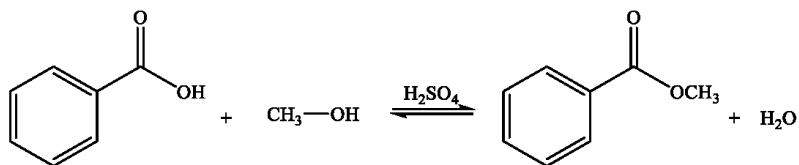
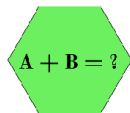
Esterifikácia je kyslo katalyzovaná reakcia karboxylových kyselín s alkoholmi. Ako katalyzátor sa používa najčastejšie kyselina sírová. Bolo dokázané, že atóm kyslíka, ktorý sa nachádza v molekule esteru, pochádza z alkoholu. Je možné to dokázať izotopovým značením kyslíka.

Pri izotopovej značke kyslíka sa používa izotop ^{18}O , ktorý sa nahradí v karboxylovej kyseline a následne sa použije pri esterifikácii s alkoholom. Vzniknutý ester sa potom analyzuje pomocou hmotnostnej spektrometrie, kde sa dá zistiť, či sa v ňom nachádza izotop ^{18}O alebo nie. Takto je možné dokázať, že atóm kyslíka v estere pochádza z alkoholu a nie z karboxylovej kyseliny.

Mechanizmus reakcie



Reakčná schéma

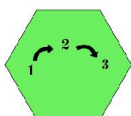


Použité
výhodiskové
látky



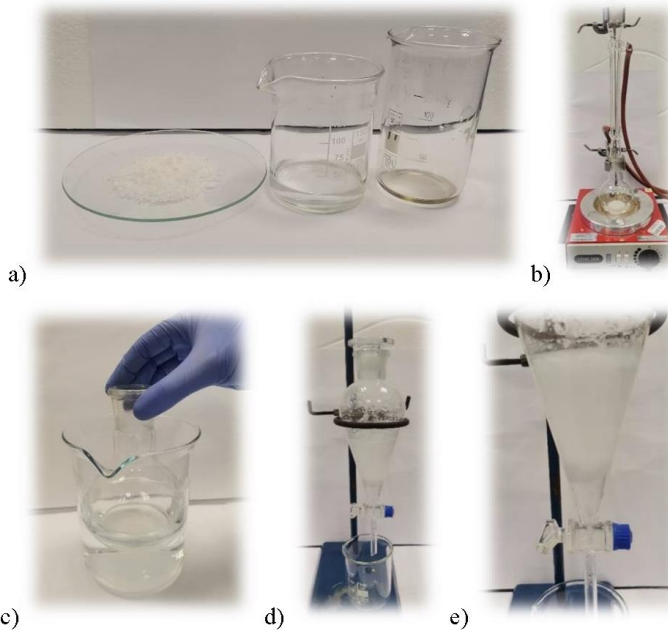
kyselina benzoová, metanol, kyselina sírová, deionizovaná voda, NaHCO_3 ,
 Na_2SO_4

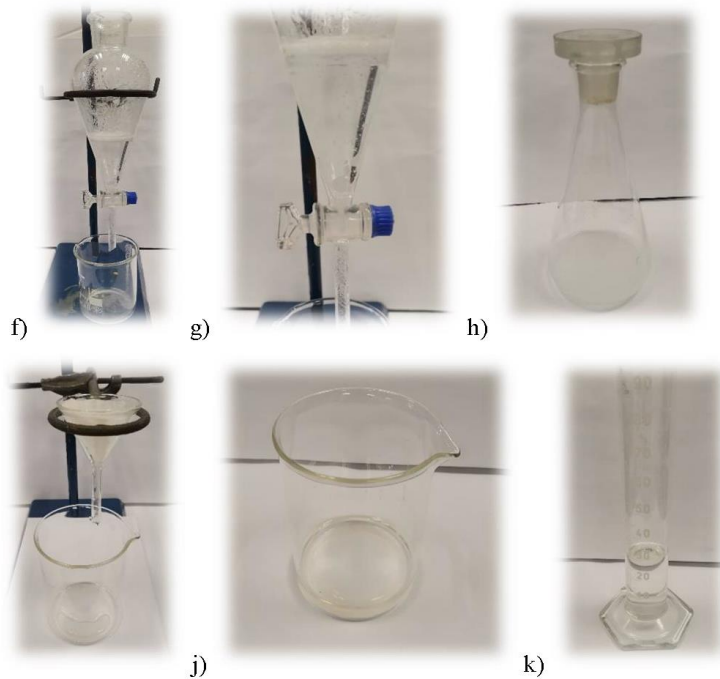
Postup práce



1. Do 250 ml varnej banky dáme 4,9 g kyseliny benzoovej, 10 ml metanolu a 1 ml koncentrovanej kyseliny sírovej. Reakčnú zmes refluxujeme po dobu 1 hodiny.
2. Varnú banku ochladíme studenou vodou a reakčnú zmes dáme po ochladiení do oddeľovacieho lievika.
3. Pridáme 30 ml deionizovanej vody a dobre pretrepeme.
4. Organickú vrstvu premyjeme 8 ml 5% roztoku NaHCO_3 a opäť 8 ml vody.
5. Organickú vrstvu vysušíme nad Na_2SO_4 .
6. Sušidlo odfiltrujeme a zmeriame objem produktu.

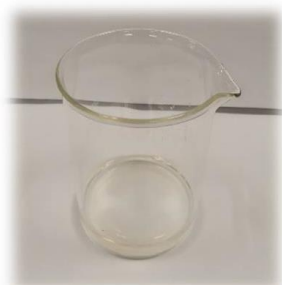
Fotodokumentácia








Obrázok 44. Príprava metyl-benzoátu: a) východiskové látky – kyselina benzoová, metanol a kyselina sírová; b) zahrievanie reakčnej zmesi; c) chladenie banky v studenom vodnom kúpeli; d) extrakcia reakčnej zmesi s vodou; e) extrakcia reakčnej zmesi s vodou – detail; f) extrakcia reakčnej zmesi s 5 % roztokom NaHCO_3 ; g) extrakcia reakčnej zmesi s 5 % roztokom NaHCO_3 -detail; h) sušenie organickej vrstvy nad Na_2SO_4 ; i) odfiltrovanie sušidla; j) metyl-benzoát; k) meranie objemu metyl-benzoátu.

Pozorovanie



Prípravený metyl-benzoát bol bezfarebná kvapalina výraznej vône.

Obrázok 45. Prípravený metyl-benzoát.

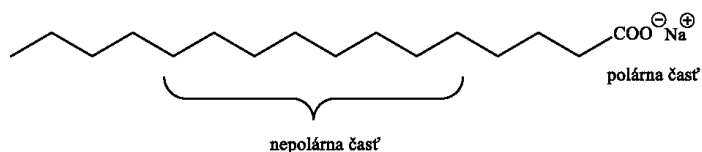
| | |
|--|---|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$V_{\text{EXP}} = 25 \text{ ml}$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Reakciou kyseliny benzoovej s metanolom v kyslom prostredí H_2SO_4 sme pripravili metyl-benzoát s objemom 25 ml. Po vysušení nad bezvodým Na_2SO_4 a odfiltrovaní rozpúšťadla by bolo potrebné produkt predestilovať a zachytávať frakciu s teplotou varu 197 – 200 °C.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Napíšte vzorec metyl-benzoátu. 2. Napíšte reakciu prípravy metyl-benzoátu. 3. Definujte typ reakcie v uvedenom experimente. 4. Vysvetlite mechanizmus esterifikácie. 5. Za akým účelom sa používa sušidlo Na_2SO_4? |

Príprava sodných solí mastných kyselín – zmydelňovanie

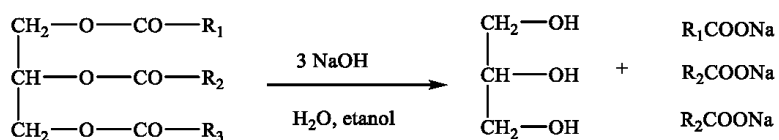
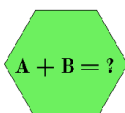
Teoretická časť



Zmydelňovanie alebo saponifikácia je hydrolýza esterov karboxylových kyselín roztokmi alkalických hydroxidov za vzniku sodných alebo draselných solí, ktoré sa používajú ako mydlá. Vo vode môžu soli kyselín vytvárať zhluky, tzv. micely. Nepolárne dlhé uhlíkové reťazce sa usporadúvajú do stredu micely. Po obvode sa nachádzajú záporne nabité skupiny COO^- a katióny Na^+ . Nepolárnou časťou molekuly sa obalí nečistota, ktorá má nepolárnu štruktúru a na povrchu zostanú nabité častice. Tie zabezpečujú rozpustnosť vo vode.



Reakčná schéma

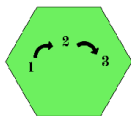


Použitie
východiskové látky



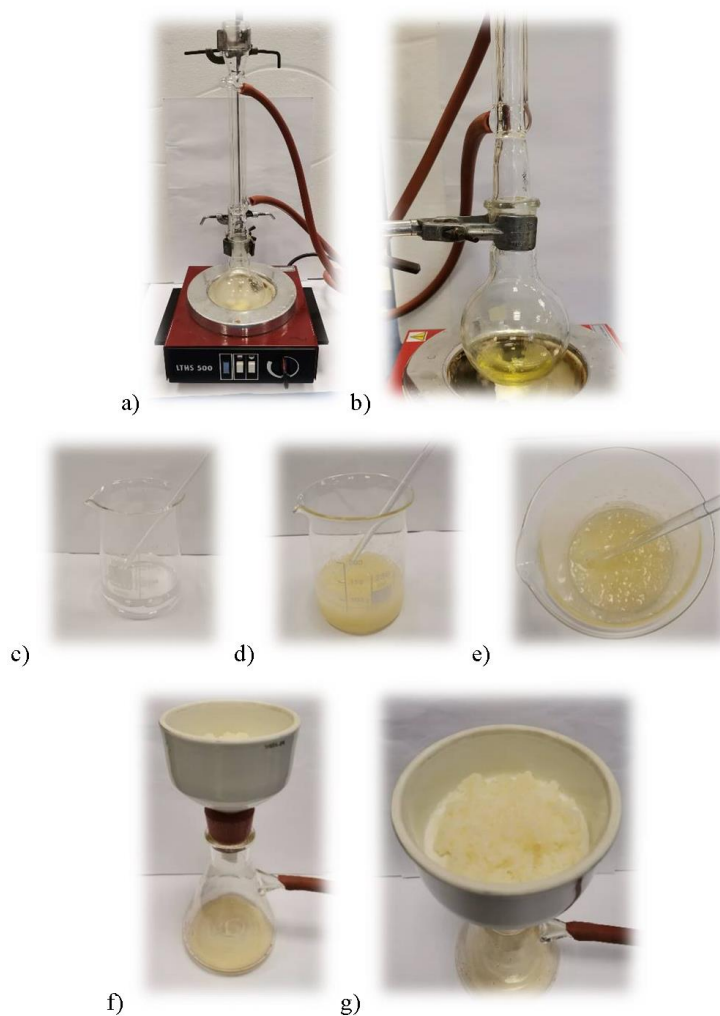
etanol, voda, NaOH, tuk, NaCl

Postup práce



1. Do kadičky si zarobíme zmes 10 ml vody a 10 ml 95 % etanolu. Pridáme 2,5 g NaOH.
2. Do 250 ml varnej banky dáme 3 g tuku (masť, olej, maslo) a prilejeme pripravený roztok.
3. Reakčnú zmes refluxujeme približne 30 – 45 minút.
4. Do druhej kadičky si zarobíme roztok 15 g NaCl v 50 ml vody. Rozpustíme.
5. Reakčnú zmes potom naraz nalejeme do pripraveného ochladeného roztoku soli a intenzívne miešame tyčinkou.
6. Vyzrážané mydlo odsajeme cez Büchnerov lievnik a premyjeme malým množstvom studenej vody. Produkt necháme vysušiť pri laboratórnej teplote.

Fotodokumentácia



Obrázok 46. Príprava mydla: a) zahrievanie reakčnej zmesi k varu; b) reakčná zmes po refluxe – 30–45 min; c) vodný roztok soli; d) pridanie refluxovanej zmesi do vodného roztoku soli; e) zahusťovanie – detail; f) filtrácia cez Büchnerov lievik; g) mydlo.

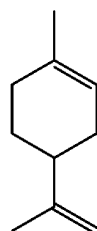
| | |
|--|---|
| <p>Pozorovanie</p>  |  <p>Po pridaní horúcej reakčnej zmesi do studeného vodného roztoku soli sme pozorovali vytvorenie hmoty hustej konzistencie, ktorá intenzívnym miešaním hustla. Finálne mydlo bolo jemne žltej farby, pridaním potravinárskeho farbiva alebo vône by bolo možné ho zafarbiť alebo mu dodať vôňu.</p> <p>Obrázok 47. Mydlo.</p> |
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>Reakciou bolo pripravené mydlo.</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Refluxovaním zmesi tuku rozpusteného vo vode a etanole a jej následným vyliatím do studeného roztoku soli sme pripravili sodnú soľ mastných kyselín – mydlo.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none"> 1. Aké východiskové látky sa používajú na prípravu mydla. 2. Napíšte rovnicu zmydelňovania. 3. Aké produkty vznikajú pri príprave mydla? 4. Čo by ste použili na prípravu farebného mydla? |

Izolácia limonénu z kôry (šupiek) citrusového ovocia

Teoretická časť



Limonén je organická zlúčenina patriaca do skupiny cyklických terpénov. Ide o bezfarebnú kvapalinu výraznej vône, ktorú je možné izolovať z kôry citrusových plodov.



Obrázok 48.
Limonén.

Použité
východiskové látky



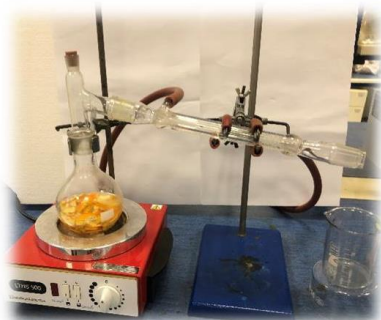
pomarančová šupa, voda, varné kamienky

Postup práce



1. Do 250 cm³ varnej banky s okrúhlym dnom sme vložili nasekanú pomarančovú kôru a pridalí vodu tak, aby objem nepresahoval viac ako 2/3 objemu banky a aby bola kôra zaliata.
2. Pridali sme varné kamienky, nasadili Liebigov chladič a destilovali.

Fotodokumentácia



a)



b)

Obrázok 49. Izolácia limonénu: a) zahrievanie pomarančovej šupy vo vode; b) pripravený limonén.

Pozorovanie



Silica bola pozorovaná vo forme olejovitej škvrnky na povrchu vydestilovanej vody. Charakteristická bola príjemnou pomarančovou vôňou.

**Obrázok 50.
Limonén.**

Experimentálne
výsledky



Izolovaná bola silica vo forme olejovitej škvrnky na povrchu vydestilovanej vody.

Záver



Destiláciou pomarančových šúp vo vode sme izolovali limonén z kôry pomaranča.

Kontrolné otázky



1. Napište vzorec limonénu.
2. Akou laboratórnou metódou by ste izolovali limonén z pomarančových šúp?

Izolácia β -karoténu a lykopénu z paradajkového pretlaku

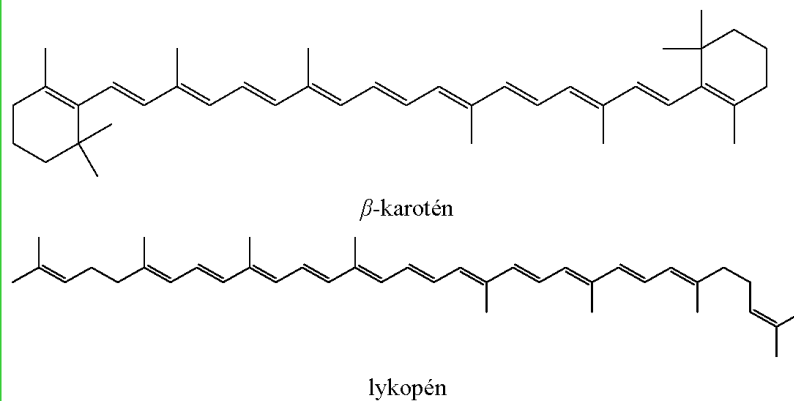
Teoretická časť



β -karotén je farbivo patriace do skupiny karotenoidov. Je provitamínom vitamínu A, ktorý je užitočný pre svoje antioxidačné vlastnosti, ale aj na podporu zdravých očí, či pokožky. Prijímame ho vo forme ovocia a zeleniny.

Lykópén je červené rastlinné farbivo, ktoré patrí tiež do skupiny karotenoidov. Má významné antioxidačné vlastnosti, používa sa na prevenciu nádorových ochorení, kde svojim pôsobením môže znížiť riziko metastáz. Keďže je aj bohatým zdrojom draslíka, ktorý je nevyhnutný pre činnosť srdca, tak slúži aj ako prevencia nádorových ochorení. Za jeho najlepšie zdroje sa považujú paradajkový pretlak, melón, ružový grep.

Z paradajkového pretlaku je možné izolovať β -karotén s hodnotou $R_{f1}(\text{teor}) = 0,7$ a lykópén s hodnotou $R_{f2}(\text{teor}) = 0,4$.



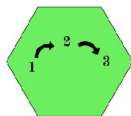
Obrázok 51.
Vzorec β -karoténu a lykopénu.

Použitá
východiskové
látky



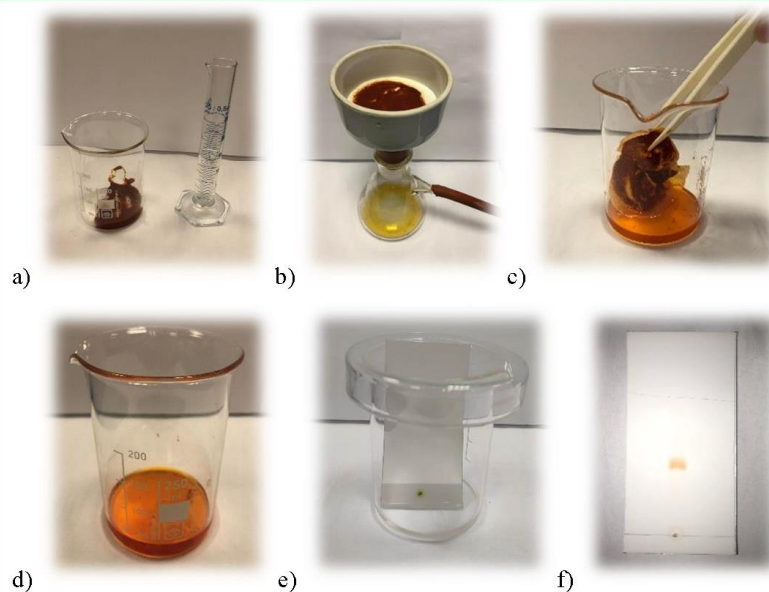
paradajkový pretlak, etanol, chloroform, TLC platnička, zmes hexánov, toluén

Postup práce



1. Do kadičky dáme 10 g paradajkového pretlaku a 15 ml 96 % etanolu a miešame.
2. Vzorku prefiltrujeme cez Büchnerov lievnik a tuhý papier aj s filtračným papierom vymáčame v 10 ml chloroformu.
3. Filtrát nanesieme na TLC platničku a platničku vyvíjame v zmesi hexánov : toluén v pomere 9:1.

Fotodokumentácia



Obrázok 52. Izolácia β -karoténu a lykopenú z paradajkového pretlaku: a) východiskové látky – pretlak a chloroform; b) filtrácia zmesi cez Büchnerov lievnik; c) máčanie filtrátu vrátane filtračného papierika v chloroforme; d) TLC analýza; f) finálna TLC platnička.

Pozorovanie




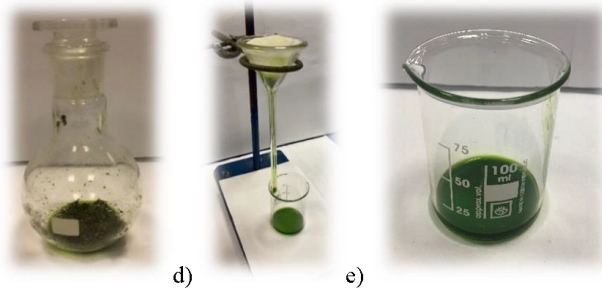
Obrázok 53.
TLC platnička.

Po nanesení acetónového extraktu na TLC platničku a po jej vyvíjaní sme mohli pozorovať, že sa nám pomocou TLC analýzy podarilo izolovať: oranžový lykopen a žltý β -karotén.

| | |
|--|--|
| <p>Experimentálne výsledky</p>  | <p>$R_{f1 (exp)} = 0,7$ $R_{f2 (exp)} = 0,4$</p> |
| <p>Záver</p>  | <p>Pomocou tenkovrstvovej chromatografie sa nám podarilo analyzovať oranžový lykopén a žltý β-karotén v paradajkovom pretlaku.</p> |
| <p>Kontrolné otázky</p>  | <ol style="list-style-type: none">1. Aké látky očakávate, že by ste mohli izolovať z paradajkového pretlaku?2. Napíšte vzorec β-karoténu a lykopénu. |

Izolácia rastlinných pigmentov zo zelených listov

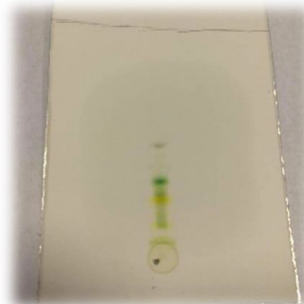
| | |
|--|---|
| <p>Teoretická časť</p>  | <p>Listové pigmenty obsahujú zmes farbív. Chlorofyl je zelené farbivo/ pigment, ktoré je obsiahnuté v rastlinách, siniciach a niektorých riasach. Jednu karboxylovú skupinu má esterifikovanú fytolom. Chlorofyl plní dôležitú úlohu pri premene svetelnej energie na chemickú energiu pri fotochemickom procese v rastlinách, tzv. fotosyntéza. Patrí k fotosyntetickým pigmentom spolu s fykobilinami a karotenoidmi. Tie však majú inú farbu a absorbujú energiu z odlišnej časti viditeľného svetelného spektra. Chlorofyl <i>a</i> je modrozelený, chlorofyl <i>b</i> je sýtozelený a oranžovo sfarbený je β-karotén.</p> |
| <p>Použité východiskové látky</p>  | <p>zelené listy, piesok, uhličitan vápenatý (CaCO_3), acetón (CH_3COCH_3), hexán (C_6H_{14}), propán-2-ol ($\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$), voda</p> |
| <p>Postup práce</p>  | <ol style="list-style-type: none">1. V trecej miske rozotrieme 3 g zelených listov s 1,5 g piesku a 1 g CaCO_3.2. Rozotretú zmes suspendujeme v 10 cm³ acetónu a necháme stáť za občasného pretrepávania v uzavretej banke 30 min.4. Zmes prefiltrujeme a nanesieme na TLC platničku. Platničku vyvíjame v zmesi hexán : propán-2-ol : voda v pomere 100:10:0,25. |
| <p>Fotodokumentácia</p>  |  <p>a)</p>  <p>b)</p> |



c) d) e)

Obrázok 54. Izolácia listových pigmentov: a) zelené listy; b) homogenizácia zelených listov v zmesi piesku a CaCO_3 v tretej miske; c) homogenizovaná zmes rozpustená v acetóne; d) jednoduchá filtrácia zmesi; e) filtrát; f) TLC analýza; g) finálna TLC platnička.

Pozorovanie



Obrázok 55. TLC platnička po vyvíjaní nanesených farbív.

Po nanesení acetónového extraktu vzorky zelených listov na TLC platničku a po jej vyvíjaní v zmesi *n*-hexánu sme mohli pozorovať, že zmes listových pigmentov obsahovala: modrozelený chlorofyl *a*, ktorý sa pohyboval najrýchlejšie, výrazný sýtozelený chlorofyl *b* a na jemne oranžovo sfarbený β -karotén.

Experimentálne
výsledky



$$R_{f1} (\text{exp}) = 0,7$$

$$R_{f2} (\text{exp}) = 0,4$$

Záver



Pomocou tenkovrstvovej chromatografie sa nám podarilo analyzovať chlorofyl *a*, chlorofyl *b* a jemne oranžový β -karotén v zelených listoch.

Kontrolné otázky



1. Aké listové pigmenty očakávate, že by ste mohli izolovať z listov pomocou tenkovrstvovej chromatografie?

Záver

V závere vysokoškolskej učebnice s názvom Experimentálna organická chémia dúfame, že ste si rozšírili svoje vedomosti a zručnosti v oblasti bezpečnosti práce v chemickom laboratóriu a zároveň získali skúsenosti v uskutočňovaní laboratórnych cvičení zameraných na organickú chémiu. Veríme, že ste pochopili dôležitosť správneho manipulovania s chemickými látkami a používanie základných laboratórnych metód a aparátúr.

Významnou súčasťou vysokoškolskej učebnice sú praktické úlohy, ktoré Vám pomôžu obohatiť Vaše skúsenosti v organickej chémii a zdokonaľiť Vaše zručnosti v laboratóriu nielen organickej chémie. Pre overenie Vašich vedomostí v praxi sme Vám ponúkli aj návody na prípravu derivátov uhl'ovodíkov (kyseliny acetylsalicylovej, 1-nitronaftalénu, cyklohexanón-oxímu, sodnej soli Oranž II, metyl-benzoátu, sodných solí mastných kyselín) a izoláciu organických zlúčenín z prírodných materiálov (limonénu, β -karoténu, lykopenú, chlorofylu α a β).

Dúfame, že táto vysokoškolská učebnica bude pre Vás užitočným nástrojom pri štúdiu organickej chémie a pri príprave na laboratórne cvičenia. Absolvovanie praktickej časti, t.j. návodov na prípravu derivátov uhl'ovodíkov a na izoláciu organických zlúčenín z prírodných materiálov vo vysokoškolskej učebnici je prvým krokom v ovládaní techník a postupov v chemickom laboratóriu. Je dôležité, aby ste pokračovali v rozvíjaní svojich schopností a znalostí, ktoré ste s pomocou vysokoškolskej učebnice nadobudli.

Nezabudnite tak, že bezpečnosť práce v laboratóriu je dôležitá a že všetky pokyny v učebnici týkajúce sa dodržiavania zásad BOZP sa musia dodržiavať pri manipulácii s chemickými látkami. V prípade akýchkoľvek nejasností, neváhajte kontaktovať svojho pedagóga alebo vedúceho laboratória.

Radi by sme sa touto cestou poďakovali našim recenzentom dr. hab. inž. Elžbieta Sałata, prof. URad. a dr. Justyna Bojanowicz, prof. URad. za spoluprácu a cenné rady pri tvorbe vysokoškolskej učebnice.

Použitá literatúra

1. Kováč, J., Kováč, Š.: *Organická chémia*. Vydavateľstvo Alfa, Bratislava, 1977, 927 s.
2. Heger, J., Hnát, I., Putala, M.: *Názvoslovie organických zlúčenín*. Bratislava: SPN, 2004. 117 s.
3. Hrnčiar, P.: *Organická chémia*. Univerzita Komenského v Bratislave, 1997. 708 s. ISBN 80-223-1161-8.
4. McMurry, J.: *Organická chémie*. Vysoké učení technické v Brne: VUTIUM, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze- VUTIUM, 2015. 1178 s. ISBN 978-80-214-3291-8 / 978-80-7080-637-1.
5. Záhradník, P., Mečiarová, M., Magdolen, P.: *Organická chémia*. Univerzita Komenského v Bratislave, 2015. 404 s. ISBN 978-80-223-3850-9.
6. Mečiarová, M., Magdolen, P., Martinická, A., Záhradník, P., Poláčková, V., Plevová, K.: *Organická chémia – riešené úlohy*. Univerzita Komenského v Bratislave, 2021, 284 s. ISBN 978-80-223-5095-2.
7. Magdolen, P., Mečiarová, M., Poláčková, V., Veverková, E.: *Laboratórne cvičenia z organickej chémie pre nechemické odbory*. Séria Omega Info: Chemická literatúra 15, 2013. 101 s. ISBN 978-80-89337-08-8.
8. Magdolen, P., Mečiarová: *Praktikum z organickej chémie*. Univerzita Komenského v Bratislave, 2016. ISBN 978-80-2233958-2.
9. Šebesta, R., Toma, Š.: *Mechanizmy organických reakcií*. Vydavateľstvo UK, Univerzita Komenského v Bratislave, 2015, 254 s. ISBN 978-80-223-3600-0.
10. Devínsky, F., Ďurinda, J., Lacko, I., Valentová, J.: *Organická chémia pre farmaceutov*. Osveta, spol. s.r.o., Martin, 2013, 805 s. ISBN 978-80-8063-388-2.
11. Elečko, P., Mečiarová, M., Putala, M., Sališová, M., Šraga, J.: *Laboratórne cvičenie z organickej chémie*. Univerzita Komenského v Bratislave, 1998.
12. Feszterová, M.: *Zásady bezpečnej práce, chemické látky a likvidácia odpadov*. Univerzita Konštantína Filozofa v Nitre, 2018, 152 s. ISBN 978-80-558-1365-3.
13. J. Labuda, I. Špánik, P. Tarabčík a kol.: *Analytická chémia*. Bratislava: STU, 2014, 671 s.
14. Donald M. West Douglas A. Skoog F. James Holler Stanley R. Crouch.: *Analytická chemie*.
15. Praha: VŠCHT , 2021, 984 s.
16. K. Záruba.: *Analytická chemie*. 1. díl. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2016, 224 s.

17. J. Svoboda. Organická syntéza. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2017, 389 s.
18. A. G. Sharpe, C. Housecroft. Anorganická chemie. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2014, 1152 s.
19. F. Kačík, M. laurová, D. Kačíková. Analytická chémia. Zvolen: Technická univerzita Zvolen, 2012, 295 s., ISBN: 978-80-228-2331-9.
20. I. Čabalová, T. Bubeníková. Nebezpečné látky v protipožiarnej ochrane a bezpečnosti. 2020, 202 s. ISBN: 978-80-228-3010-2.
21. Geffertová a kol. Analytická chémia. Zvolen TUZVO.
22. Bartusek. Separáčné metódy
23. Klouda, P.: Moderní analytické metody. vyd Ostrava: PAVEL KLOUDA, 2003. 132s., ISBN 80-86369-07-2.
24. Garaj, J., Bustin, D., Hladký, Z.: Analytická chémia. vyd. Bratislava: ALFA, 1987. 718s., ISBN 063-553-87.
25. Čakrt, M. a spol.: Praktikum z analytickej chémie. vyd. Bratislava: ALFA, 1989. 631s., ISBN 80-05-00000-X.
26. Klouda, P.: Moderní analytické metody. vyd Ostrava: PAVEL KLOUDA, 2003. 132s., ISBN 80-86369-07-2.
27. K. Volka. Analytická chemie II. Praha: VŠCHT Praha, 2012, 236 s., ISBN 978-80-7080-227-4.
28. Vyhláška Ministerstva vnútra Slovenskej republiky z 12. februára 2004, č. 96/2004 Z. z. ktorou sa ustanovujú zásady protipožiarnej bezpečnosti pri manipulácii a skladovaní horľavých kvapalín, ťažkých vykurovacích olejov a rastlinných a živočíšnych tukov a olejov. (online). Dostupné na: <https://www.slov-lex.sk/pravne-predpisy/SK/ZZ/2004/96/20040301.html>
29. STN 01 8003 (01 8003) – 2015-02 Zásady bezpečnosti práce v chemických laboratóriách. Bratislava: Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo SR. 2015.
30. Vyhláška Ministerstva práce, sociálnych vecí a rodiny Slovenskej republiky č 66/2023 Z. z., ktorou sa mení a dopĺňa vyhláška Ministerstva práce, sociálnych vecí a rodiny Slovenskej republiky č. 356/2007 Z. z., ktorou sa ustanovujú podrobnosti o požiadavkách a rozsahu výchovnej a vzdelávacej činnosti, o projekte výchovy a vzdelávania, vedení predpísanej dokumentácie a overovaní vedomostí účastníkov výchovnej a vzdelávacej činnosti.

31. Zákon NR SR č. 114/2022 Z. z., ktorým sa mení a dopĺňa zákon č. 124/2006 Z. z. o bezpečnosti a ochrane zdravia pri práci a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení neskorších predpisov a ktorým sa menia a dopĺňajú niektoré zákony
32. Zákon NR SR č. 355/2007 Z. z. o ochrane, podpore a rozvoji verejného zdravia a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení neskorších predpisov
33. Zákon NR SR č. 140/2008 Z. z., ktorým sa mení a dopĺňa zákon č. 124/2006 Z. z. o bezpečnosti a ochrane zdravia pri práci a o zmene a doplnení niektorých zákonov v znení zákona č. 309/2007 Z. z. a o zmene a doplnení zákona č. 355/2007 Z. z. o ochrane, podpore a rozvoji verejného zdravia a o zmene a doplnení niektorých zákonov.
34. Zákon NR SR č. 67/2010 Z. z. o podmienkach uvedenia chemických látok a chemických zmesí na trh a o zmene a doplnení niektorých zákonov (chemický zákon) v znení neskorších predpisov.
35. Výstražné upozornenie Základňa vedomostí pre karty bezpečnostných údajov – Výstražné upozornenie (online). Dostupné na: <https://www.msds-europe.com/sk/vystrazne-upozornenie/> (20.02.2023).
36. Výstražné upozornenie Základňa vedomostí pre karty bezpečnostných údajov – Výstražné upozornenie (online). Dostupné na: <https://www.msds-europe.com/sk/bezpecnostne-upozornenie-p> (20.02.2023).

Prílohy

- Príloha 1** Zoznam výstražných upozornení o nebezpečnosti chemických látok a ich zmesí (H - vety), súčasť GHS
- Príloha 2** Zoznam bezpečnostných opatrení na bezpečné zaobchádzanie s chemickými látkami a ich zmesami (P - vety), súčasť GHS

Príloha 1 Zoznam výstražných upozornení o nebezpečnosti chemických látok a ich zmesí (H - vety), súčasť GHS

| | |
|------|---|
| H200 | Nestabilná výbušnina. |
| H201 | Výbušnina; nebezpečenstvo rozsiahleho výbuchu. |
| H202 | Výbušnina; vážne nebezpečenstvo zasiahnutia časticami. |
| H203 | Výbušnina; nebezpečenstvo požiaru, tlakovej vlny alebo zasiahnutia časticami. |
| H204 | Nebezpečenstvo požiaru alebo zasiahnutia časticami. |
| H205 | Pri požiaru môže spôsobiť masívny výbuch. |
| H220 | Extrémne horľavý plyn. |
| H221 | Horľavý plyn. |
| H222 | Extrémne horľavý aerosól. |
| H223 | Horľavý aerosól. |
| H224 | Extrémne horľavá kvapalina a pary. |
| H241 | Zahrievanie môže spôsobiť požiar alebo výbuch. |
| H242 | Zahrievanie môže spôsobiť požiar. |
| H250 | Pri styku so vzduchom sa samovoľne vznieti. |
| H251 | Samovoľne sa zahrieva: môže sa vznietiť. |
| H252 | Vo veľkom množstve sa samovoľne zahrieva; môže sa vznietiť. |
| H260 | Pri styku s vodou uvoľňuje horľavé plyny, ktoré sa môžu samovoľne vznietiť. |
| H261 | Pri styku s vodou uvoľňuje horľavé plyny. |
| H270 | Môže spôsobiť alebo zosilniť požiar; oxidant. |
| H271 | Môže spôsobiť požiar alebo výbuch; silný oxidant. |
| H272 | Môže zosilniť požiar; oxidant. |
| H280 | Obsahuje plyn pod tlakom; pri zahriatí môže vybuchnúť. |
| H281 | Obsahuje schladený plyn; môže spôsobiť omrzliny alebo poškodenie chladom. |
| H290 | Môže byť korozívna pre kovy. |
| H300 | Pri požití môže spôsobiť smrť. |
| H301 | Toxický pri požití. |
| H302 | Zdraviu škodlivý pri požití. |
| H304 | Pri požití a vniknutí do dýchacích ciest môže spôsobiť smrť. |

| | |
|------|---|
| H310 | Pri styku s pokožkou môže spôsobiť smrť. |
| H311 | Jedovatý pri kontakte s pokožkou. |
| H312 | Škodlivý pri kontakte s pokožkou. |
| H314 | Spôsobuje ťažké poleptanie kože a poškodenie očí. |
| H315 | Dráždi kožu. |
| H317 | Môže vyvolať alergickú kožnú reakciu. |
| H318 | Spôsobuje vážne poškodenie očí. |
| H319 | Spôsobuje vážne podráždenie očí. |
| H330 | Pri vdýchnutí môže spôsobiť smrť. |
| H331 | Jedovatý pri vdýchnutí. |
| H332 | Škodlivý pri vdýchnutí. |
| H334 | Pri vdýchnutí môže vyvolať alergiu alebo príznaky astmy, alebo dýchacie ťažkosti. |
| H335 | Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest. |
| H336 | Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty. |
| H340 | Môže spôsobiť genetické poškodenie. |
| H341 | Podozrenie na genetické poškodenie. |
| H350 | Môže vyvolať rakovinu. |
| H351 | Podozrenie na vyvolanie rakoviny. |
| H360 | Môže poškodiť plodnosť alebo plod v tele matky. |
| H361 | Podozrenie na poškodenie plodnosti alebo plodu v tele matky. |
| H362 | Môže spôsobiť poškodenie dojčiat prostredníctvom materského mlieka. |
| H370 | Spôsobuje poškodenie orgánov. |
| H371 | Môže spôsobiť poškodenie orgánov. |
| H372 | Spôsobuje poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii. |
| H373 | Môže spôsobiť poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii. |
| H400 | Vysoko toxický pre vodné organizmy. |
| H410 | Vysoko toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H411 | Jedovatý pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H412 | Škodlivý pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H413 | Môže spôsobiť dlhodobé škodlivé účinky pre vodné organizmy. |
| H373 | Môže spôsobiť poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii. |
| H400 | Vysoko toxický pre vodné organizmy. |

| | |
|--------------------|---|
| H410 | Vysoko toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H411 | Jedovatý pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H412 | Škodlivý pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami. |
| H413 | Môže spôsobiť dlhodobé škodlivé účinky pre vodné organizmy. |
| H300+H310 | Pri požití alebo styku s kožou môže spôsobiť smrť. |
| H300+H310 +H330 | Pri požití, pri styku s kožou alebo pri vdýchnutí môže spôsobiť smrť. |
| H300+H330 | Pri požití alebo vdýchnutí môže spôsobiť smrť. |
| H301+H311 | Toxický pri požití a pri styku s kožou. |
| H301+H311 +H331 | Toxický pri požití, styku s kožou alebo pri vdýchnutí. |
| H301+H331 | Toxický pri požití alebo vdýchnutí. |
| H302+H312 | Zdraviu škodlivý pri požití alebo pri styku s kožou. |
| H302+H312 +H332 | Zdraviu škodlivý pri požití, styku s kožou alebo pri vdýchnutí. |
| H302+H332 | Zdraviu škodlivý pri požití alebo vdýchnutí. |
| H310+H330 | Pri styku s kožou alebo pri vdýchnutí môže spôsobiť smrť. |
| H311+H331 | Toxický pri styku s kožou alebo pri vdýchnutí. |
| H312+H332 | Zdraviu škodlivý pri styku s kožou alebo pri vdýchnutí. |
| H420 | Poškodzuje verejné zdravie a životné prostredie tým, že ničí ozón vo vrchných vrstvách atmosféry. |

Doplnkové informácie o nebezpečnosti

| | |
|----------|---|
| EUH 001 | Výbušný v suchom stave. |
| EUH 006 | Výbušný za prístupu i bez prístupu vzduchu. |
| EUH 014 | Prudko reaguje s vodou. |
| EUH 018 | Pri použití môže vytvárať horľavé alebo výbušné zmesi pár so vzduchom. |
| EUH 019 | Môže vytvárať výbušné peroxidy. |
| EUH 029 | Uvoľňuje toxický plyn pri styku s vodou. |
| EUH 031 | Uvoľňuje toxický plyn pri styku s kyselinami. |
| EUH 032 | Uvoľňuje vysoko toxický plyn pri styku s kyselinami. |
| EUH 044 | Nebezpečenstvo výbuchu pri zahrievaní v uzavretom obale. |
| EUH 059 | Nebezpečný pre ozónovú vrstvu. |
| EUH 066 | Opakovaná expozícia môže spôsobiť vysušenie alebo popraskanie kože. |
| EUH 070 | Toxický pri styku s očami. |
| EUH 071 | Spôsobuje poleptanie dýchacích ciest. |
| EUH 201 | Obsahuje olovo. Nemá sa používať na povrchy, ktoré môžu žuť alebo olizovať deti. |
| EUH 201A | Pozor! Obsahuje olovo. |
| EUH 202 | Kyanoakrylát. Nebezpečenstvo. Okamžite zlepuje kožu a oči. Uchovávajte mimo dosahu detí. |
| EUH 203 | Obsahuje chróm (VI). Môže vyvolať alergickú reakciu. |
| EUH 204 | Obsahuje izokyanáty. Môže vyvolať alergickú reakciu. |
| EUH 205 | Obsahuje epoxidové zložky. Môže vyvolať alergickú reakciu. |
| EUH 206 | Pozor! Nepoužívajte spolu s inými výrobkami. Môže uvoľňovať nebezpečné plyny (chlór). |
| EUH 207 | Pozor! Obsahuje kadmium. Pri používaní vznikajú nebezpečné výpary. Pozri informácie dodané výrobcom. Dodržujte bezpečnostné pokyny. |
| EUH 208 | Obsahuje (názov látky spôsobujúcej senzibilizáciu). Môže vyvolať alergickú reakciu. |
| EUH 209 | Pri používaní sa môže stať vysoko horľavým. |
| EUH 209A | Pri používaní sa môže stať horľavým. |
| EUH 210 | Na vyžiadanie je k dispozícii bezpečnostný list. |
| EUH 401 | Dodržujte pokyny pre používanie, aby ste sa vyvarovali rizík pre ľudské zdravie a životné prostredie. |

Príloha 2 Zoznam bezpečnostných opatrení na bezpečné zaobchádzanie s chemickými látkami a ich zmesami (P - vety), súčasť GHP

| | |
|-------|--|
| P101 | Ak je potrebná lekárska pomoc, majte k dispozícii obal alebo etiketu výrobku. |
| P102 | Uchovávajte mimo dosahu detí. |
| P103 | Pred použitím si prečítajte etiketu. |
| chova | Pred použitím sa oboznámte s osobitnými pokynmi. |
| P202 | Nepoužívajte, kým si neprečítate a nepochopíte všetky bezpečnostné opatrenia. |
| P210 | Uchovávajte mimo dosahu tepla/iskier/otvoreného ohňa/horúcich povrchov. Nefajčite. |
| P211 | Nestriekajte na otvorený oheň ani iný zdroj vznietenia. |
| P220 | Uchovávajte/skladujte mimo odevov/.../horľavých materiálov. |
| P221 | Prijmite opatrenia na zabránenie zmiešania s horľavými materiálmi... |
| P222 | Zabráňte kontaktu so vzduchom. |
| P223 | Zabráňte akémukoľvek kontaktu s vodou, aby nedošlo k prudkej reakcii a prípadnému zapáleniu. |
| P230 | Uchovávajte zvlhčené... |
| P231 | Manipulujte v prostredí s inertným plynom. |
| P232 | Chráňte pred vlhkosťou. |
| P233 | Nádobu uchovávajte tesne uzavretú. |
| P234 | Uchovávajte iba v pôvodnej nádobe. |
| P235 | Uchovávajte v chlade. |
| P240 | Uzemnite/upevnite nádobu a plniace zariadenie. |
| P241 | Používajte elektrické/ventilačné/osvetľovacie zariadenie do výbušného prostredia. |
| P242 | Používajte iba neiskriace prístroje. |
| P243 | Urobte preventívne opatrenia proti výbojom statickej elektriny. |
| P244 | Redukčné ventily udržiavajte bez mazadiel a oleja. |
| P250 | Nevystavujte brúseniu/nárazu/.../treniu. |
| P251 | Nádoba je pod tlakom: neprepichujte alebo nespáľujte ju, a to ani po spotrebovaní obsahu. |
| P260 | Nevdychujte prach/dym/plyn/hmlu/pary/aerosóly. |
| P261 | Zabráňte vdychovaniu prachu/dymu/plynu/hmly/pár/aerosólov. |

| | |
|----------|---|
| P262 | Zabráňte kontaktu s očami, pokožkou alebo odevom. |
| P263 | Zabráňte kontaktu počas tehotenstva a dojčenia. |
| P264 | Po manipulácii starostlivo umyte.... |
| P270 | Pri používaní výrobku nejedzte, nepite ani nefajčite. |
| P271 | Používajte iba na voľnom priestranstve alebo v dobre vetranom priestore. |
| P272 | Je zakázané vynieť kontaminovaný pracovný odev z pracoviska. |
| P273 | Zabráňte uvoľneniu do životného prostredia. |
| P280 | Noste ochranné rukavice/ochranný odev/ochranné okuliare/ochranu tváre. |
| P281 | Používajte predpísané osobné ochranné prostriedky. |
| P282 | Používajte termostabilné rukavice/ochranný štít/ochranné okuliare. |
| P283 | Noste ohňovzdorný odev/odev so zníženou horľavosťou. |
| P284 | Používajte ochranu dýchacích ciest. |
| P285 | V prípade nedostatočného vetrania používajte ochranu dýchacích ciest. |
| P231+232 | Manipulujte v prostredí s inertným plynom. Chráňte pred vlhkosťou. |
| P235+410 | Uchovávajte v chlade. Chráňte pred slnečným žiarením. |
| P301 | Po požití: |
| P302 | Pri kontakte s pokožkou: |
| P303 | Pri kontakte s pokožkou (alebo vlasmi): |
| P304 | Po vdýchnutí: |
| P305 | Po zasiahnutí očí: |
| P306 | Pri kontakte s odevom: |
| P307 | Po expozícii: |
| P308 | Po expozícii alebo podozrení z nej: |
| P309 | Po expozícii alebo pri zdravotných problémoch: |
| P310 | Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P311 | Volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P312 | Pri zdravotných problémoch volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P313 | Vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| 314 | Pri zdravotných problémoch vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| P315 | Okamžite vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |

| | |
|------|---|
| P320 | Odborné ošetrovanie je naliehavé (pozri ... na etikete). |
| P321 | Odborné ošetrovanie (pozri ... na etikete). |
| P322 | Osobitné opatrenia (pozri ... na etikete). |
| P330 | Vypláchnite ústa. |
| P331 | Nevyvolávajújte zvracanie. |
| P332 | Ak sa prejaví podráždenie pokožky: |
| P333 | Ak sa prejaví podráždenie pokožky alebo sa vytvoria vyrážky: |
| P334 | Ponorte do studenej vody/obviažte mokrými obväzmi. |
| P335 | Z pokožky oprášte sypké častice. |
| P336 | Zmrznuté časti ošetríte vlažnou vodou. Postihnuté miesto netrite. |
| P337 | Ak podráždenie očí pretrváva: |
| P338 | Ak používate kontaktné šošovky a je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní. |
| P340 | Presuňte postihnutého na čerstvý vzduch a uložte do oddychovej polohy, ktorá bez pohybu umožní pohodlné dýchanie. |
| P341 | Pri dýchacích ťažkostiach presuňte postihnutého na čerstvý vzduch a uložte do oddychovej polohy, ktorá bez pohybu umožní pohodlné dýchanie. |
| P342 | Pri sťaženom dýchaní: |
| P350 | Opatrne umyte veľkým množstvom vody a mydla. |
| P351 | Opatrne niekoľko minút oplachujte vodou. |
| P352 | Umyte veľkým množstvom vody a mydla. |
| P353 | Pokožku opláchnite vodou/sprchou. |
| P360 | Kontaminovaný odev a pokožku ihneď opláchnite veľkým množstvom vody a potom odev odstráňte. |
| P361 | Ihneď odstráňte/vyzlečte všetky kontaminované časti odevu. |
| P362 | Kontaminovaný odev vyzlečte a pred ďalším použitím vyperte. |
| P363 | Kontaminovaný odev pred ďalším použitím vyperte. |
| P370 | V prípade požiaru: |
| P371 | V prípade veľkého požiaru a veľkého množstva: |
| P372 | V prípade požiaru hrozí riziko výbuchu. |
| P373 | Požiar NEHASTE, ak sa oheň priblížil k výbušninám |
| P374 | Požiar haste z primeranej vzdialenosti pri dodržiavaní bežných bezpečnostných opatrení. |

| | |
|------------------|---|
| P375 | Z dôvodu nebezpečenstva výbuchu požiar haste z diaľky. |
| P376 | Zastavte únik, ak je to bezpečné. |
| P377 | Požiar unikajúceho plynu: Nehaste, pokiaľ únik nemožno bezpečne zastaviť. |
| P378 | Na hasenie použite |
| P380 | Priestory evakuujte. |
| P381 | Ak je to bezpečné, odstráňte všetky zdroje zapálenia. |
| P390 | Absorbujte uniknutý produkt, aby sa zabránilo materiálnym škodám. |
| P391 | Zobierajte uniknutý produkt. |
| P301+310 | Po požití: okamžite zavolajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P301+312 | PO POŽITÍ: ak máte zdravotné problémy, okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P301+330 +331 | PO POŽITÍ: Vypláchnite ústa. Nevyvolávajte zvracanie. |
| P302+334 | PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Ponorte do studenej vody/obviažte mokrými obväzmi. |
| P302+350 | PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Opatrne umyte veľkým množstvom vody a mydla. |
| P302+352 | PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Umyte veľkým množstvom vody a mydla. |
| P303+361 +353 | PRI KONTAKTE S POKOŽKOU (alebo vlasmi): Odstráňte/vyzlečte všetky kontaminované časti odevu. Pokožku ihneď opláchnite vodou/sprchou. |
| P304+340 | PO VDÝCHNUTÍ: Presuňte postihnutého na čerstvý vzduch a uložte do oddychovej polohy, ktorá bez pohybu umožní pohodlné dýchanie. |
| P304+341 | PO VDÝCHNUTÍ: Pri dýchacích ťažkostiach presuňte postihnutého na čerstvý vzduch a uložte do oddychovej polohy, ktorá bez pohybu umožní pohodlné dýchanie. |
| P305+351 +338 | PO ZASIAHNUTÍ OČÍ: Niekoľko minút ich opatrne vyplachujte vodou. Ak používate kontaktné šošovky a je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní. |
| P306+360 | PRI KONTAKTE S ODEVOM: kontaminovaný odev a pokožku opláchnite veľkým množstvom vody a potom odev odstráňte. |
| P307+310 | PO expozícii: Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |

| | |
|------------------|--|
| P307+311 | PO expozícii: Volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P308+313 | PO expozícii alebo podozrení z nej: Vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| P301+310 | PO POŽITÍ: okamžite zavolajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P309+310 | PO expozícii alebo pri zdravotných problémoch: Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P309+311 | PO expozícii alebo zdravotných problémoch: Volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P332+313 | Ak sa objaví podráždenie pokožky: Vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| P333+313 | Ak sa objaví podráždenie pokožky alebo vyrážky: Vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| P335+334 | Z pokožky oprášte sypké čiastočky. Ponorte do studenej vody/obviažte mokrými obväzmi. |
| P337+313 | Ak podráždenie očí pretrváva: Vyhľadajte lekársku pomoc/starostlivosť. |
| P342+311 | Pri ťažkostiach s dýchaním: Volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. |
| P370+376 | V prípade požiaru: Ak je to bezpečné, zastavte únik. |
| P370+378 | V prípade požiaru: Na hasenie použite |
| P370+380 | V prípade požiaru: Priestory evakuujte. |
| P370+380 +375 | V prípade požiaru: priestory evakuujte. Z dôvodu nebezpečenstva výbuchu požiar haste z diaľky. |
| P371+380 +375 | V prípade veľkého požiaru a značného množstva: priestory evakuujte. Z dôvodu nebezpečenstva výbuchu požiar haste z diaľky. |
| P401 | Uchovávajúte... |
| P402 | Uchovávajúte na suchom mieste. |
| P403 | Uchovávajúte na dobre vetranom mieste. |
| P404 | Uchovávajúte v uzavretej nádobe. |
| P405 | Uchovávajúte uzamknuté. |
| P406 | Uchovávajúte v nádobe odolnej proti korózii/... nádobe s odolnou vnútornou vrstvou. |
| P407 | Medzi regálmi/paletami ponechajte vzduchovú medzeru. |
| P410 | Chráňte pred slnečným žiarením. |

| | |
|----------|--|
| P411 | Uchovávajte pri teplotách do ... °C/... °F. |
| P412 | Nevystavujte teplotám nad 50 °C/122 °F. |
| P413 | Veľké množstvo s hmotnosťou nad ... kg/... lbs uchovávajte pri teplote do ... °C/... °F. |
| P420 | Uchovávajte oddelene od iných materiálov. |
| P422 | Obsah uchovávajte v ... |
| P402+404 | Uchovávajte na suchom mieste. Uchovávajte v uzavretej nádobe. |
| P403+233 | Uchovávajte na dobre vetranom mieste. Nádobu uchovávajte tesne uzavretú. |
| P403+235 | Uchovávajte na dobre vetranom mieste. Uchovávajte v chlade. |
| P410+403 | Chráňte pred slnečným žiarením. Uchovávajte na dobre vetranom mieste. |
| P410+412 | Chráňte pred slnečným žiarením. Nevystavujte teplotám nad 50 °C/122 °F. |
| P411+235 | Uchovávajte pri teplotách do ... °C/... °F. Uchovávajte v chlade. |
| P501 | Zneškodnite obsah/nádobu do... |

Názov: **Experimentálna organická chémia**

Vysokoškolská učebnica

Autori: Melánia Feszterová

Jana Jakubčinová

Veronika Silliková

Vydavateľ: Univerzita Konštantína Filozofa v Nitre

Edícia Prírodovedec č. 847

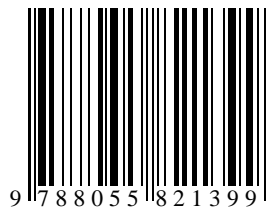
Rok vydania: 2024

Miesto vydania: Nitra

Počet strán: 133

Formát: A4

Vysokoškolská učebnica vychádza tiež elektronicky.



ISBN 978-80-558-2139-9

