

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

SPECIÁLNÍ LABORATORNÍ TECHNIKA

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

ZDEŇKA NEUMAYEROVÁ

BRNO 2008



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

SPECIÁLNÍ LABORATORNÍ TECHNIKA

SPECIAL LABORATORY TECHNIQUES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

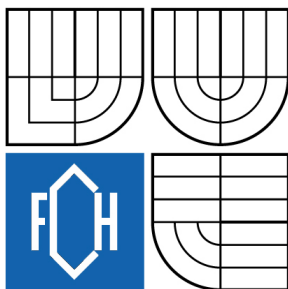
ZDEŇKA NEUMAYEROVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

RNDr. LUKÁŠ RICHTERA, Ph.D.

BRNO 2008



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání bakalářské práce

Číslo bakalářské práce	FCH-BAK0011/2007	Akademický rok: 2007/2008
Ústav	Ústav chemie materiálů	
Student(ka)	Neumayerová Zdeňka	
Studijní program	Chemie a chemické technologie (B2801)	
Studijní obor	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808R016)	
Vedoucí bakalářské práce	RNDr. Lukáš Richtera, Ph.D.	
Konzultanti bakalářské práce	Mgr. Soňa Hermanová, Ph.D.	

Název bakalářské práce:

Speciální laboratorní technika

Zadání bakalářské práce:

Přehledným způsobem bude teoreticky zpracován přehled speciálních laboratorních technik užívaných pro syntézu a reakce látek citlivých vůči vzdušné vlhkosti nebo kyslíku se zaměřením na techniku Schlenkových nádob, vakuové linky a suchého boxu. Vypracovaný přehled, zaměřený především na zpracování a dokumentaci postupů a technik využívaných na zdejší pracovišti, bude doplněn schematickými nákresey aparatur a fotografiemi vybavení. Součástí práce bude i návrh a zpracování postupu několika jednoduchých laboratorních experimentů pro seznámení se se základy speciální laboratorní techniky.

Termín odevzdání bakalářské práce: 30.5.2008

Bakalářská práce se odevzdává ve třech exemplářích na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu bakalářské práce. Toto zadání je přílohou bakalářské práce.

Zdeňka Neumayerová
student(ka)

RNDr. Lukáš Richtera, Ph.D.
Vedoucí práce

Ředitel ústavu

V Brně, dne 1.12.2007

doc. Ing. Jaromír Havlica, CSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Manipulace s látkami vysoce citlivými vůči vzdušné vlhkosti a kyslíku vyžadují definované prostředí s minimem těchto nežádoucích látek (řádově jednotky ppm). V oblasti anorganické, organické a zejména organokovové a polymerní syntézy je znalost vakuové techniky, techniky suchého boxu a Schlenkových technik nezbytná. Obecné postupy těchto technik jsou popsány již v několika skriptech a monografiích, nicméně obrazová dokumentace pomáhající správnému pochopení mnohdy zaostává.

Předložená práce je členěna do 8 kapitol. Úvodní kapitoly pojednávají o bezpečnosti práce a první pomoci při úrazech v chemické laboratoři. Následující kapitola přináší užitečné literární zdroje. Dále jsou v jednotlivých kapitolách rozepsány používané skleněné nádoby a jejich příslušenství, základní pracovní úkony, speciální vybavení, vakuum a jeho zdroje a jednotlivé pracovní techniky.

Texty jsou doplněny příslušnými nákresy a fotografiemi. Schematické nákresy byly vytvořeny v programu ChemDraw 7.0.1. Fotografie byly pořízeny fotoaparátem Nikon D70 a upraveny v programu Zoner Photo Studio 8.

Tato práce si klade za cíl vytvořit studijní podklady pro začínající pracovníky zabývající se syntézami organokovových komplexů, polymerních katalyzátorů a vlastních polymerů v laboratoři polymerních syntéz na FCH VUT.

ABSTRACT

Manipulation with the materials that are very sensitive towards moisture and (or) oxygen requires controlled environment with acceptable content of these undesired species in the range of ppm units. The knowledge of vacuum techniques, techniques of the dry box and Schlenk techniques is necessary in the area of inorganic, organic, and especially organometallic and polymer syntheses. General procedures that are related to these techniques are described in many lecture notes and monographs, but the graphic form which can enhance correct understanding, is often very poor.

The thesis is divided into eight chapters, beginning with laboratory safety, risk assessment and the first aid. Following chapter brings useful literature sources. Used glassware, laboratory equipment and accessories and special techniques are described in other chapters.

The texts are accompanied by related drawings and photos. The schemes were done using ChemDraw 7.0.1 software. Photos were taken by Nikon D70 camera and modified by Zoner Photo Studio 8 software.

The aim of this work was to create the study materials which could be utilized by the workers dealing with the syntheses of organometallic complexes, catalytic precursors for polymerization and polymerization in itself in the laboratory of polymer synthesis at the Faculty of Chemistry, BUT.

KLÍČOVÁ SLOVA

Schlenkovy techniky, stříkačková a kanylová technika, vakuum, inertní atmosféra

KEYWORDS

Schlenk techniques, syringe and cannula techniques, vakuum, inert atmosphere

NEUMAYEROVÁ, Z. *Speciální laboratorní technika*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2008. 41 s. Vedoucí bakalářské práce RNDr. Lukáš Richtera, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěla poděkovat Mgr. Soně Hermanové, Ph.D. za zasvěcení do problematiky speciálních laboratorních technik, teoretické i praktické rady. RNDr. Lukáši Richterovi, Ph.D. za jeho odborné vedení, cenné rady a připomínky. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Petru Dzikovi, Ph.D. a Jolaně Ščudlové za ochotu a pomoc při fotodokumentaci. Příteli Miroslavu Vyroubalovi za pomoc při konečných úpravách a morální podporu. A všem, kteří mi pomáhali při vypracování bakalářské práce.

Obsah

1	Úvod.....	7
2	Bezpečnost práce v laboratoři	8
2.1	Obecné zásady práce v laboratoři.....	8
2.2	Zásady práce s vybranými rizikovými skupinami.....	8
2.2.1	Organokovy, alkalické kovy, hydridy	8
2.2.2	Hořlaviny.....	9
2.2.3	Práce s vakuem.....	9
2.2.4	Práce s plyny	9
2.3	Požární ochrana.....	9
3	První pomoc při úrazech v chemické laboratoři.....	10
4	Doporučená literatura.....	11
4.1	Odborné monografie a skripta.....	11
4.2	Internetové odkazy	11
4.3	Informační zdroje - databáze.....	11
4.3.1	Plnotextové databáze.....	11
4.3.2	Bibliografické a faktografické databáze.....	12
5	Základní sklo.....	12
5.1	Zábrusové spoje.....	12
5.2	Šroubové spoje	14
5.3	Ventily a kohouty	14
5.4	Schlenkovy nádoby	16
6	Základní úkony.....	17
6.1	Uvedení Schlenkovy nádoby do provozu.....	17
6.1.1	Kontrola netěsností.....	17
6.1.2	Vysušení nádoby	18
6.1.3	Připojení nádoby na zdroj inertu / vakua	19
6.2	Stříkačková a kanylová technika.....	19
6.2.1	Kanylová technika.....	19
6.2.2	Stříkačková technika	21
6.2.3	Septová technika	23
7	Speciální vybavení	24
7.1	Vakuová linka a manifold	24
7.2	Glave bag (rukavicový pytel).....	26
8	Vakuum a jeho zdroje	26
8.1	Vakuum.....	26
8.1.1	Měření vakua.....	27
8.2	Zdroje vakua.....	28
8.2.1	Vodní vývěva	28
8.2.2	Rotační olejová vývěva	28
8.2.3	Difúzní olejová vývěva	29
8.2.4	Membránová vývěva.....	31
9	Pracovní techniky.....	31
9.1	Sušení	31
9.1.1	Charakterizace sušících činidel	31
9.1.2	Přehled nejběžnějších sušících činidel	32
9.2	Destilace za vakua.....	34
9.3	Reflux.....	35
9.4	Filtrace.....	36
10	Závěr.....	38

Seznam použitých zdrojů	39
Seznam použitých zkratk a symbolů	40
Seznam obrázků	41
Seznam tabulek	41

1 ÚVOD

V některých oblastech chemie, jako je například chemie organokovových a koordinačních sloučenin, se s ohledem na reaktivitu těchto látek při jejich přípravě, izolaci a nebo při přechovávání neobejdeme bez zvláštní laboratorní techniky zajišťující definované, inertní prostředí. Především se jedná o vyloučení přístupu kyslíku, vzdušné vlhkosti, oxidu uhličitého a v některých případech i dusíku. Při práci s těmito látkami je vzduch nahrazován inertní atmosférou, tvořenou například vysoce čistým dusíkem nebo argonem (kvalita nejméně 99,999 %, obsah vody a kyslíku <1 ppm). K práci s těmito látkami je nutná určitá dávka experimentálních zkušeností a znalostí.

2 BEZPEČNOST PRÁCE V LABORATOŘI

Zásady práce v syntetické laboratoři respektují obecně platná pravidla jako ve všech ostatních typech chemických laboratoří. Níže uvedená metodika je vztažena ke konkrétní laboratoři polymerních syntéz a katalytických prekurzorů na FCH. Jsou zde shrnuta především speciální možná rizika. Nesprávná a neopatrná manipulace s látkami citlivými na vodu a kyslík a práce s vakuem přináší rizika vážného poranění, požáru nebo v nejhorším případě exploze.

2.1 Obecné zásady práce v laboratoři

- Experimentální práce v laboratoři je vždy prováděna a povolena pouze za přítomnosti další osoby.
- Ihned po vstupu do laboratoře je pracovník povinen nasadit si ochranné brýle, které je nutné nosit po celou dobu pobytu v laboratoři a při práci používat ochranný oděv.
- Každý pracovník si:
 - před zahájením experimentu prostuduje řádně pracovní postup, seznámí se s reaktivitou a toxicitou všech reakčních komponent a zvolí odpovídající ochranné prostředky (rukavice, štít, zástěra).
 - vede záznam o experimentální práci formou laboratorního deníku nebo sešitu, který je vždy na viditelném místě v laboratoři.
 - řádně označuje chemikálie v používaném nádobí.
- Veškerá odpadní rozpouštědla jsou shromažďována v příslušných nádobách (chlorovaný, nechlorovaný odpad). Do výlevky je možné pouze vypláchnout nádoby destilovanou vodou.
- Rozlitá rtuť se posype jemným zinkovým prachem nebo práškovou sírou (vznikne nerozpustný sulfid HgS), vše se pozorně smete a uchová ve zvláštní nádobě převrstvené vodou.
- Každý pracovník udržuje na pracovním stole pořádek a pravidelně čistí použité nádoby.

2.2 Zásady práce s vybranými rizikovými skupinami

2.2.1 Organokovy, alkalické kovy, hydridy



- Před započítím práce s těmito látkami je nutné:
 - řádně prostudovat jejich bezpečnostní listy (R a S věty).
 - připravit vhodné hasební prostředky (písek nebo vermikulit), pracovníci by měli znát postup pro případ havárie.
- zajistit čistotu pracoviště, eliminaci polárních látek reagujících prudce s těmito látkami (voda, alkoholy, apod.).
- Veškeré operace je nutno provádět v dobře odvětrávané digestoři pod inertní atmosférou.
- Manipulace s těmito látkami jsou prováděny buď odborným pracovníkem nebo v jeho přítomnosti. V žádném případě nesmí studenti provádět manipulace sami.

2.2.2 Hořlaviny



- Veškeré práce s hořlavinami je nutno provádět v digestoři.
- Při práci s hořlavinami je třeba se vyvarovat styku s otevřeným ohněm i s rozžhavenými předměty.
- Pro zahřívání nádob s hořlavinou obsahující sušidla prudce reagujícími s vodou (Na, K) nesmí být nikdy použita vodní lázeň.
- Při žihání aparatury pro odstranění okludované vlhkosti, je třeba zásobní nádoby obsahující hořlaviny chránit hliníkovou folií nebo mokřým filtračním papírem.
- Při rozlití hořlavých kapalin se musí okamžitě zhasnout plynové spotřebiče v místnosti a vypnout elektrický proud. Rozlitá hořlavá kapalina se nechá vsáknout do vhodného porézního materiálu, který musí být odklizen na bezpečné místo.

2.2.3 Práce s vakuem



- Je vyloučeno evakuovat tenkostěnné baňky s plochým dnem nebo Erlenmayerovy baňky.
- U evakuovaných skleněných nádob nedochází k explozi nýbrž k implozi a důsledky mohou být mnohem horší.
- Při použití rotační olejové vývěvy jako zdroje vakua, je nutné ji chránit vymrazovací nádobou chlazenou kapalným dusíkem (suchým ledem), aby nedošlo ke vniknutí organických par rozpouštědel případně korozivních plynů z odsávaného prostoru do vývěvy.
- Dojde-li ke kondenzaci kyslíku v nádobě obsahující organický materiál hrozí exploze. V tomto případě je nádoba ponechána při teplotě kapalného dusíku, izolována od vakuové linky a přemístěna na bezpečné místo, kde je otevřena do atmosféry a pomalu temperována na laboratorní teplotu.

2.2.4 Práce s plyny



- Tlakové láhve musí být zajištěny proti pádu řetízky nebo třmeny, umístěnými na pevně zabudovaném zařízení (stěna, pracovní stůl). Nesmí být umístěny v blízkosti tepelných zdrojů.
- Láhve, které nejsou připojené na rozvod plynu musí být opatřeny ochranným kloboučkem.
- Dosáhne-li tlak v láhvi hodnoty 2 MPa (20 bar), musí být vyměněna.
- Laboratoře, ve kterých se tlakové láhve používají, musí být na dveřích viditelně označeny tabulkou o druhu používaného plynu.

2.3 Požární ochrana

- Každý pracovník se seznámí s umístěním a funkcí hasícího přístroje. O požáru ihned informuje pracovník zbytek osazenstva laboratoře, vlastními silami likviduje zvládnutelný požár (zahoření). V případě rozšíření požáru přivolá pomoc hasičského sboru. Z laboratoře jsou jako první vyneseny tlakové láhve (vodík, ethen, propen).
- Sněhový hasicí přístroj vytváří bohatou pěnu tvořenou CO₂. Pěna pokrývá hořící předměty, odjímá jim teplo a nepropouští kyslík. Při hašení hořících tekutin zabraňuje rozstříkávání. Pěna je elektricky nevodivá, neškodí potravinám ani jemné mechanice.

Při hašení tímto přístrojem je nutné držet proudnici za plastovou část, aby nedošlo k omrznutí (expandující pěna má okolo -78 °C). Při hašení v uzavřených prostorech je nutné větrat.

3 PRVNÍ POMOC PŘI ÚRAZECH V CHEMICKÉ LABORATOŘI

První pomoc při:	Poskytnutí pomoci:
nadýchání	Vyvést postiženého na čerstvý vzduch, vyloučit fyzickou námahu, lékaře.
potřísnění oka	Oko okamžitě vyplachovat čistou tekoucí vodou po dobu 15-20 minut tak, aby proud stékal od vnitřního k vnějšímu očnímu koutku. Oko sterilně přikrýt a ihned k lékaři.
potřísnění pokožky	Odstranit potřísněný oděv. V případě toxické látky bez vlastností žíraviny omýt postižené místo vlažnou vodou a mýdlem. U žíraviny dlouhodobě omývat proudem vody. To má přednost i před aplikací neutralizačního roztoku, který je vhodné použít teprve po důkladném omytí. Neutralizační roztok se po důkladném omytí žíraviny aplikuje jako koupel potřísněného místa, nebo opakovaným přiložením obkladu na postižené místo (není-li možné je koupat). V případě potřísnění kyselinou se použije 5 % roztok hydrogenuhličitanu sodného. Po potřísnění zásadou 3 % roztok kyseliny citrónové, octové. Dle potřeby navštívit lékaře.
požití	Ihned vyplachovat ústa vodou, nevyvolávat zvracení, co nejrychleji převést postiženého k lékaři.
úrazu elektrickým proudem	Vyprostit postiženého z dosahu elektrického proudu (vytažením přívodní šňůry ze zásuvky, vypnutím hlavního vypínače nebo jističe, apod.). Pokud je úraz doprovázen zástavou dechu a srdce, je nutno zahájit umělé dýchání a nepřímou masáž srdce a co nejrychleji přivolat lékařskou pomoc. Je-li postižený při vědomí, je nutné ho pohodlně usadit do teplé místnosti a nenechávat samotného. I při lehkém úrazu elektrickým proudem musí být přivolán lékař.
otevřeném poranění	Malé řezné rány a oděrky opláchnout čistou vodou, dezinfikovat (roztok peroxidu vodíku, dezinfekční sprej) a přelepit náplastí s polštářkem nebo ovázat obvazem. Větší rány, pokud nejsou znečištěné hrubou nečistotou nebo chemickou škodlivinou se nevymývají. Ránu překrýt suchým sterilním obvazem (při silnějším krvácení použít tlakový obvaz) a zajistit lékařské ošetření.
popálení a opaření	Popálené nebo opařené místo co nejrychleji ochladit studenou vodou. Z popáleného místa nestrhávat ulpívající oděv ani pevné látky (plasty, pryskyřice, asfalt). Postižená plocha se po ochlazení nemyje, ničím nepotírá ani nezasypává, pouze se kryje čistým sterilním obvazem. Podle rozsahu a závažnosti se případně zajistí lékařské ošetření.
omrznutí	Oplachovat 15 minut vodou, sterilně přikrýt, navštívit lékaře.

4 DOPORUČENÁ LITERATURA

Jako první krok před zahájením experimentu by si měl pracovník řádně prostudovat postup a nastudovat si reaktivitu a bezpečnost práce při manipulaci se všemi reakčními sloučeninami.

4.1 Odborné monografie a skripta

- Armagero W., L., F., Perrin D., D.: *Purification of Laboratory Chemicals*. Fourth edition. Great Britain: The Bath Press, 2002. ISBN 0 7506 3761 7.
- Errington R., J.: *Advanced Practical Inorganic and Metalorganic Chemistry*. First edition. London: Blackie Academic&Professional, 1996. ISBN 0-7514-0225-7.
- Shriver D., F.: *The Manipulation of Air – sensitive Compounds*. New York: McGraw-Hill, 1969. 299 p.
- Plesch P., H.: *High vacuum techniques for chemical syntheses and measurements*. First Publisher, Cambridge University Press, New York 1989. 167 p. ISBN 0-521-25756-5.
- Kvíčala J.: *Laboratorní technika organické chemie*. 1. vyd. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 1998. 182 s. ISBN 80-7080-322-3.

4.2 Internetové odkazy

Na stránkách Národní knihovny České republiky - <http://www.nkp.cz/> se nachází souborný katalog zahraničních periodik, odebíraných vědeckými a univerzitními knihovnami v české republice.

Na stránkách Knihovny Akademie věd České republiky - <http://www.lib.cas.cz/cs>, lze najít seznam databází vydavatelů časopisů s IF.

4.3 Informační zdroje - databáze

Níže uvedené databáze jsou přístupné pouze v rámci počítačů VUT.

4.3.1 Plnotextové databáze

American Chemical Society Publications (ACS): Plné texty časopisů z oblasti chemie produkované American Chemical Society od roku 1879 do současnosti.

CatchWord (IngentaSelect): Služba umožňující přístup k elektronickým verzím asi 6000 periodik od 65 nakladatelů. U některých titulů jsou dostupné plné texty a u dalších je možno získat obsah jednotlivých čísel časopisů a většinou i abstrakt článků, případně odkaz na stránku vydavatele, kde je možnost tyto údaje také nalézt.

Kluwer – journals: Polytematická databáze obsahující přes 690 titulů s plnými texty ve formátu PDF. Společenské vědy, přírodní vědy, technika, technologie, inženýrství, počítače, informatika, elektrotechnika, elektronika, stavební inženýrství, strojírenství, materiály, humanitní vědy, ekonomické vědy, potravinářství, lékařství.

Science Direkt: Polytematická databáze obsahuje plné texty článků z více než 120 časopisů zahrnujících oblast techniky, přírodních a společenských věd.

4.3.2 Bibliografické a faktografické databáze

V těchto databázích lze najít abstrakty článků a na požádání v knihovně budou plné texty objednány.

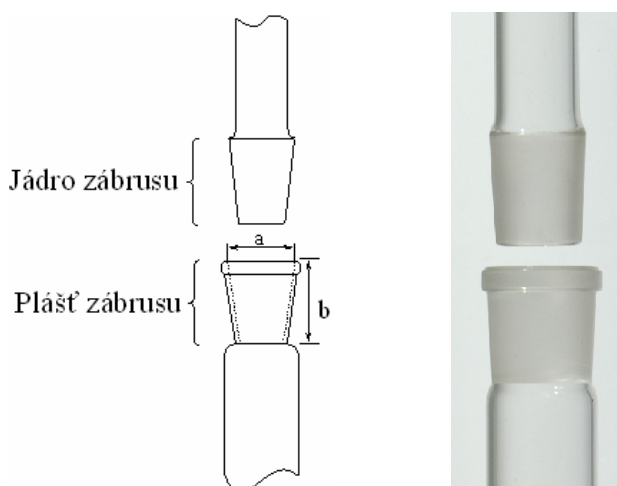
CSA Materials Science Collection with Metadex: Tato kolekce přináší soubor klíčových vědeckých databází zaměřených na oblast materiálů, metalurgie, keramiky, polymerů, kompozit a aplikace materiálů v inženýrství.

Web of Science: Poskytuje přístup do vysoce kvalitních databází s informacemi o článcích, jejich autorech, obsahu a referencích, citovanosti a edičních údajích.

5 ZÁKLADNÍ SKLO

5.1 Zábrusové spoje

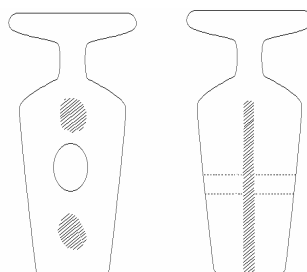
Zábrusovým spojem rozumíme dvě pravidelně vybroušené skleněné plochy, které na sebe těsně doléhají. V laboratoři se používají zábrusy kuželové, plošné (exsikátory) a kulové. Dále budou popisovány jen kuželové zábrusy umožňující plynotěsné spojení jednotlivých částí aparatur. Uvnitř zabroušená plocha komolého kužele se nazývá plášť zábrusu, na vnější straně zabroušená plocha kuželu se nazývá jádro zábrusu (Obr.1). U skleněných zábrusů by mělo být jádro i plášť ze stejného druhu skla, aby vlivem tepelné roztažnosti nedošlo k prasknutí pláště, a nebo k pevnému sevření jádra. V laboratoři se nejčastěji setkáváme se zábrusy kuželovými, které jsou normalizovány podle ISO; NZ 10/19, NZ 12/21, NZ 14/23, NZ 19/26, NZ 24/29 a NZ 29/32. Písmena znamenají normalizační řadu, první číslo udává horní (větší) průměr komolého kužele (Obr.1a) a druhé číslo výšku (délku) zábrusu v milimetrech (Obr.1b). Pro kombinaci různých velikostí zábrusů se používají redukce. Prodloužené zábrusy se využívají pro práci za sníženého tlaku (NZ 10/19, NZ 14/30, NZ 12/28). Proti samovolnému rozpojení zábrusového spoje se používají klipsy (plastové nebo kovové), případně je-li skleněná trubice zábrusu opatřena natavenými háčky lze jej zajistit gumičkou nebo kovovou pružinkou.



Obr. 1: Kuželový zábrus a jeho součásti

Před sestavením je nutno zábrus jemně namazat vhodným mazadlem. Zábrusové spoje se standardně mažou v horní třetině. U kohoutů se maže pouze jádro: tenké proužky mazadla

se nanášejí na plochy mimo vrtání po celé délce zábrusu a taky na plošky nad a pod vrtáním (Obr. 2), jádro se poté krouživým pohybem nasadí do pláště. Při správném namazání se vytvoří průhledný spoj. Přílišné množství mazadla může ucpat vrtání. Při ukládání zábrusových dílů na delší dobu mimo provoz se do zábrusu vkládá kousek papíru, aby bylo zabráněno tzv. zapečení zábrusu.



Obr. 2: Schéma správného postupu při mazání kohoutu

Nejběžnějším mazadlem zábrusů a spojů v laboratoři je levný a snadno dostupný Ramsayův tuk (směs vazelíny, parafinu a surového kaučuku). Kvalitnější, silikonové vazelíny trvale odolávají teplotám v rozmezí od 0 °C až +150 °C a používají se k mazání spojů vakuových zařízení. Nadstandardní, fluorované vazelíny jsou nehořlavé, chemicky inertní a bezpečné pro použití v kyslíkovém provozu, odolávají vysokým teplotám až do 300 °C a mohou být tedy použity ve velmi náročných laboratorních podmínkách. Teflonové pásy a vložky se používají u aparatur, kde je mazání tuky zakázané. Vlastnosti mazadel jsou shrnuty v Tabulce 1.

Tabulka 1: Přehled některých mazadel

Mazadlo* (základ)	Teplotní rozmezí	Charakteristika
Apiezon T (uhlovodíkové)	+ 10 °C až + 120 °C	střední vakuum, mazadlo pro obecné použití, bez silikonu a halogenů
Apiezon H (uhlovodíkové)	- 10 °C až + 240 °C	mnohostranné mazadlo pro vysoké teploty, netaje a je stabilní až do 250 °C, bez silikonu
PTFE pasta (polytetrafluorethylenové)	-30 °C až + 300 °C	mazání vakuových zařízení a kyslíkových armatur
Lukosan M14 (silikonové)	-70 °C až +150 °C	mazání zábrusů, styčných ploch exsikátorů, skleněných ventilů
Dow Corning (silikonové)	-40 °C až + 260 °C	pro utěšňování vysokovakuových a tlakových systémů
Krytox (perfluorpolyéterové)	-36 °C až +260 °C	mazání kyslíkových aparatur, odolnost vůči agresivním chemikáliím

*Komerční názvy

Vlivem špatného namazání zábrusu nebo vymytí tuku organickými rozpouštědly může dojít k tzv. zapečení zábrusu. První pomocí je opatrné viklání ve všech směrech, případně poklepání dřevěným předmětem na střed zábrusu a na horní okraj pláště. Nedochozí-li ke změnám, je třeba zvolit jinou metodu. Umožňuje-li obsah, nechá se skleněný kus ponořený ve vhodné lázni (teplá voda, zředěná kyselina chlorovodíková nebo petrolether), po týdnu se znovu pokusit o rozebrání zábrusu vikláním. Další možností je zahřátí vnějšího povrchu zábrusu horkovzdušnou pistolí nebo kahanem (je potřeba ohřát pouze pláště, a nikoliv jádra) a zábrus se rozebere otočením nebo jemným poklepáním. Před rozebíráním zapečeného zábrusu plamenem je zapotřebí vědět jestli není obsah hořlavinou. V komplikovaných případech je lepší svěřit tuto práci místnímu skláři.

5.2 Šroubové spoje

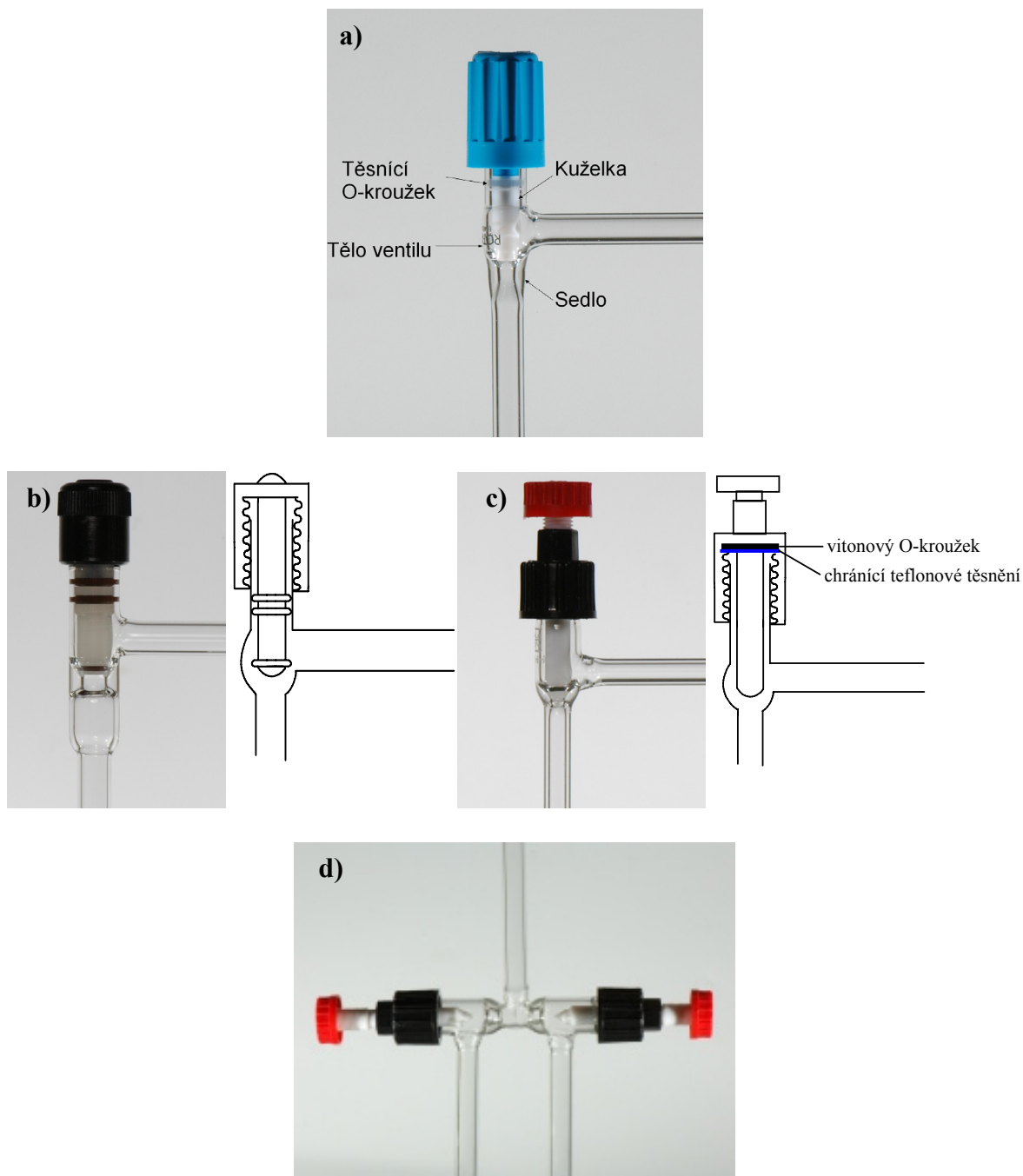
Představují moderní způsob propojení částí aparatur. Jsou normalizovány, ale shoda u různých světových výrobců není tak dokonalá jako u zábrusů. Spoje jsou označovány písmeny GL a číslem, které udává průměr skleněné části opatřené vylisovaným závitem (například: GL-14, GL-18, GL-25 a GL-32). Nedílnou součástí je uzavírací převlečná matice zhotovená z polypropylenu nebo polyesteru a vnitřní těsnění ze silikonového kaučuku potaženého chemicky inertní fólií například teflonovou (Obr. 3).



Obr. 3: a) Šroubový spoj b) Kombinace šroubového a zábrusového spoje

5.3 Ventily a kohouty

Ventily se používají k regulaci a uzavírání průtoku kapalin a plynů. Uzavírají průtok dosednutím kuželky (dříku) do sedla skleněného těla ventilu. Kuželka může být skleněná nebo teflonová. V mnoha případech se k utěšňování ventilů ještě používají vitonové O-kroužky umístěné po délce dříku. V laboratoři jsou nejčastěji používané ventily jednocestné (přímé, rohové) nebo dvojcestné, označení závisí od počtu spojení, která umožňují.



Obr. 4: Typy ventilů lišících se způsobem těsnění dříku: a) podrobné schéma ventilu s těsnícím O-kroužkem v horní části b) 3 těsnící O-kroužky vyrobené z vitonu c) dřík těsní v sedle ventilu a na šroubové části skleněného těla d) stejný způsob těsnění (jako u c), ale příklad dvojcestného ventilu

U kohoutů je těsnost spoje dána jemným broušením povrchu jádra a skleněného tělesa. Pro zajištění bezchybné těsnící funkce je třeba jádro po celé zabroušené ploše potřít vhodným mazadlem (například silikonový tuk). Uzavírání je zajištěno pootočením jádra o 90°. Kohouty mohou být jednocestné (Obr. 5) přímé nebo s vrtáním ve tvaru L, dvojcestné se šikmým vrtáním nebo trojcestné s vrtáním ve tvaru T.



Obr. 5: Kohout přímý jednocestný

5.4 Schlenkovy nádoby

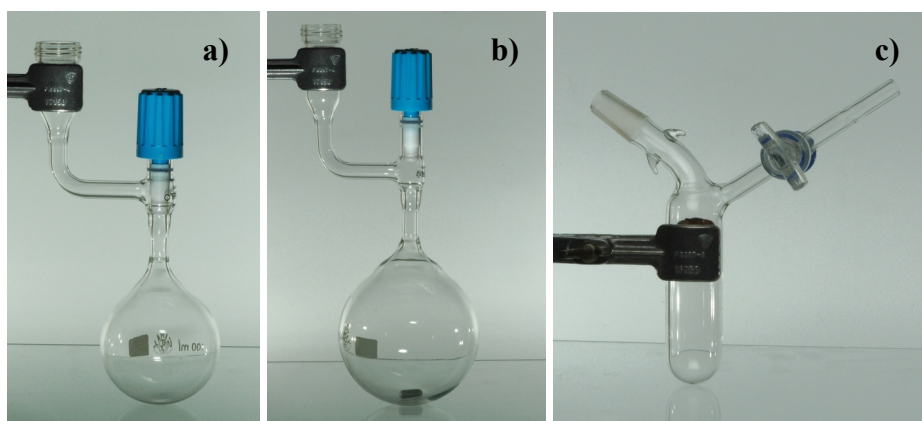
Schlenkova nádoba byla vyvinuta v roce 1913 Wilhelmem Schlenkem (1879-1943). Narodil se v Mnichově, kde také studoval chemii. Jeho oborem byla organická chemie. V roce 1917 poprvé připravil organolithné sloučeniny.

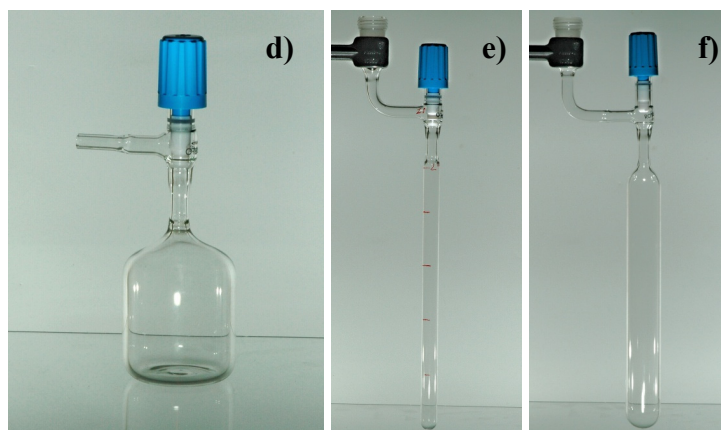


Obr. 6: W. Schlenk

Jako Schlenkovy nádoby jsou označovány reakční nádoby opatřené kohouty (ventily) nebo bočními trubicemi pro navlečení septa. Umožňují evakuaci nádoby, její napuštění inertními plyny a uchovávání látek pod inertní atmosférou. Používají se při práci s látkami citlivými na vzdušnou vlhkost, kyslík, případně i dusík (například tvorba nitridů s lithiem). V současné době se vyrábí široká škála tvarů k různým účelům. Ekonomičtější variantou je zadání výroby ampulí a baněk s kulatým dnem (Obr. 7) v dílnách u skláře.

Pro běžné laboratorní úkony je nezbytná sada nádob o rozměrech 10-500 cm³, pro objemy nad 200 cm³ jsou vhodnější baňky s kulatým dnem. Dostatečná délka hrdla pod zábrusovým spojem (asi 40 mm) zajišťuje bezpečné a užitečné zachycení nádoby držákem.





Obr. 7: Typy Schlenkových nádob: a) sušicí zásobní baňka na monomer b) sušicí zásobní baňka na rozpouštělo s magnetickým míchadlem c) zásobní ampule na pevné látky d) dávkovací nádoba e, f) zásobní ampule

6 ZÁKLADNÍ ÚKONY

6.1 Uvedení Schlenkovy nádoby do provozu

6.1.1 Kontrola netěsností

U nově vyrobených Schlenkových nádob v místní sklárně je před prvním použitím běžně v laboratoři prováděna zkouška netěsností pomocí jiskřáku. Zdrojem netěsností jsou zejména dírky velikosti špendlíkové hlavičky (*pinhole defect*) v místě spojů přitavených skleněných trubic.

Schlenkova nádoba se nejprve evakuuje. V případě absence netěsnosti po určité době tlak plynu klesne na hodnotu mezního vakua vývěvy. V okolí tohoto tlaku je možno zapálit výboj. Vývod jiskřáku je udržován ve vzdálenosti asi 1 cm od povrchu skla zkoušené nádoby. Když se přiblíží vodič k netěsnému místu, přejde elektrický výboj na jiskru, která dopadá na ústí netěsnosti. Přes netěsnost ve skle mohou proudit spolu s neutrálním plynem i nabitě částice. Tímto způsobem přes netěsnost teče elektrický proud, což se projeví intenzivním světlem v kanálku netěsnosti. V případě zjištění netěsnosti je potřeba označit místo v její těsné blízkosti (nikoli v místě samotném) a odnést ke skláři. V dobře vyčištěné a odčerpané nádobě lze v zatemněné místnosti pozorovat různé zbarvení výboje (Tabulka 2, Obr. 8).

Tabulka 2: Zbarvení a charakterizace elektrického výboje při různých tlacích

Přibližný tlak [Pa]	Barva výboje	Charakter
666-133	Purpurová	Tenká čára
133-13	Růžová až tmavomodrá	Výboj zaplňuje evakuovaný prostor blízko elektrody
13-1,33	Tmavě až bleděmodrá	Výboj se rozšíří v celém systému
1,33-0,01	Světlomodrá až černá	
< 0,01	Bez výboje	

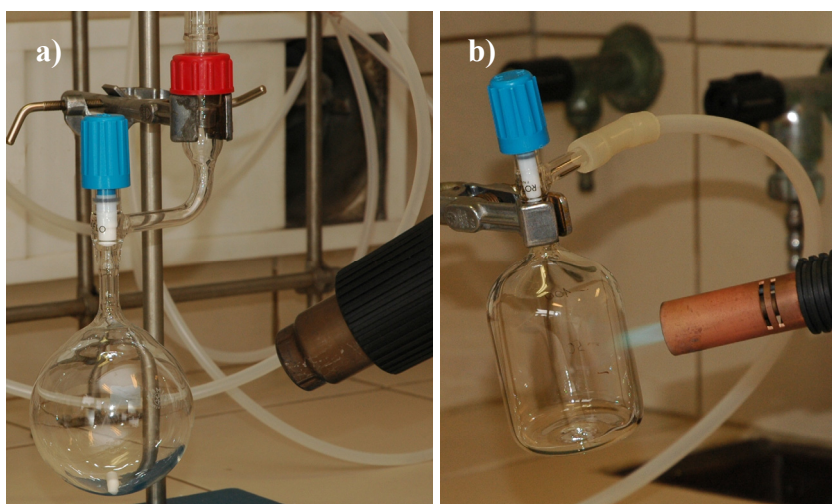
Použití jiskřáku znamená práci se silným vysokofrekvenčním polem. Proto se nikdy nezkouší vakuum v těsné blízkosti manometrických přístrojů, jemných součástek a povrchů natřených vakuovým mazadlem. Riziko nebezpečí vzniká i při dlouhodobém působení výboje na jednom místě skla. Mechanickým a tepelným účinkem výboje se může na tenkých místech skla prorazit otvor.



Obr. 8: Charakter výboje indikovaného při hodnotě vakua okolo 1 Pa

6.1.2 Vysušení nádoby

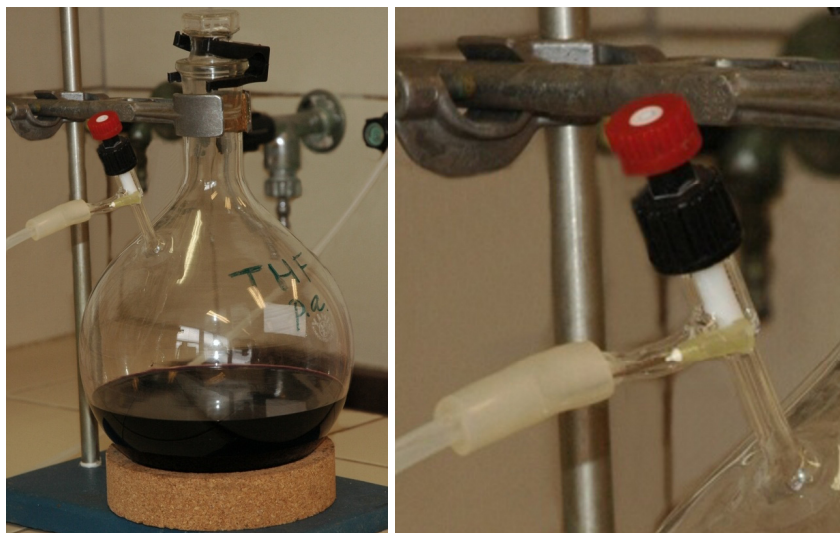
Při provádění reakcí, které jsou citlivé vůči vzdušné vlhkosti je nejdříve nutné odstranit vlhkost okludovanou na vnitřním povrchu skleněných nádob. Proto je nutné před každým použitím nádobu opatrně vyžít horkovzdušnou pistolí nebo hořákem (Obr. 9). Nádoba se nechá za vakua zchladnout a celý proces se opakuje třikrát. Na závěr se nádoba napustí inertním plynem a je připravena pro použití.



Obr. 9: a) Žihání horkovzdušnou pistolí b) Žihání hořákem

6.1.3 Připojení nádoby na zdroj inertu / vakua

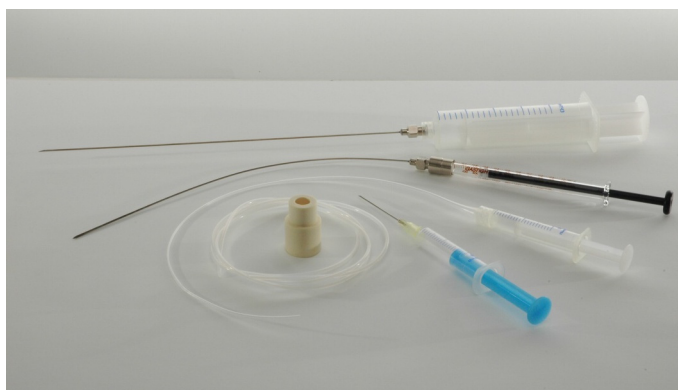
Schlenkova nádoba, ve které je již uložen roztok nebo pevná látka pod inertní atmosférou se před otevřením přívodního ventilu musí zbavit okludované vlhkosti v přívodní cestě buď pomocí *bleed* způsobu (kapitola 6.2.1, Obr. 10) nebo střídavým režimem vakuum / inert.



Obr. 10: Zbavování okludované vlhkosti tzv. bleedem

6.2 Stříkačková a kanylová technika

Pro přenos kapalin v inertní atmosféře je možno použít v kombinaci se septovou technikou oboustrannou jehlu (kanylu) nebo injekční stříkačku (Obr. 11). Způsob přenosu závisí na objemu a reaktivitě přenášené kapaliny.



Obr. 11: Ukázka pracovních pomůcek používaných v kanylové a stříkačkové technice

6.2.1 Kanylová technika

Kanylace využívá tlakový rozdíl k přenosu větších objemů kapalin pomocí oboustranné duté jehly, dvou jehel spojených pružnou PTFE hadičkou a nebo nerezové kapiláry. Přenos je zajišťován přetlakem inertu, zásobní a přijímací nádoby musí být napojeny na dva nezávislé zdroje inertu a přijímací nádoba je přes bublačku otevřená do atmosféry.

Postup ohýbání kovové kapiláry:

- Kapilára se naplní destilovanou vodou.
- Podchladí se opatrně kapalným dusíkem.
- Za použití rozumné síly se kapilára ohne do potřebného oblouku.

- Konce se pilníkem zapilují a upraví do špičky.
- Hotová ohnutá kapilára se znovu propláchne pro odstranění kovových štěpinek a uloží v sušárně nebo v exsikátoru.

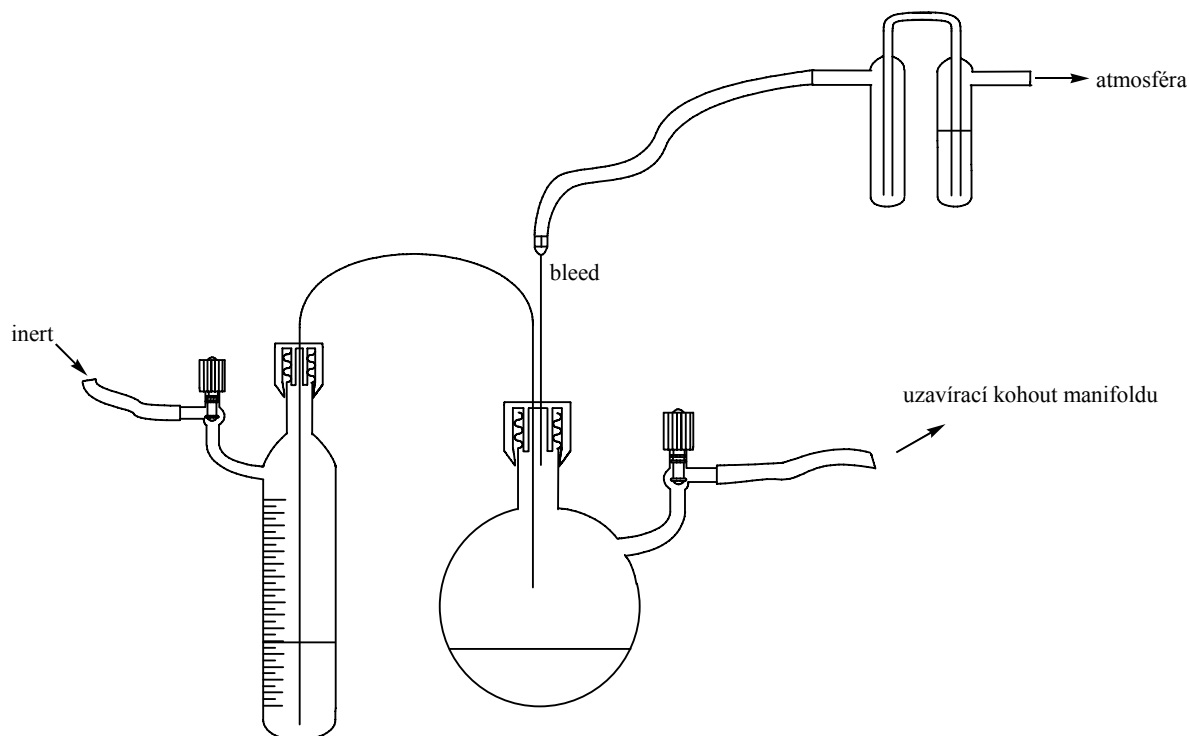


Obr. 12: Postup ohýbání kovové kapiláry

Postup přenosu kapalin:

- Po evakuaci a vyčištění jímací baňky proudem inertního plynu je zábrusová zátka pod proudem inertu nahrazena septem. Zároveň je do septa zavedena menší jehla (*bleed*) zabráňující vzniku přetlaku, zpravidla je napojena na bublačku.
- Po připojení zásobní nádoby s kapalinou na zdroj inertu je zátka rovněž nahrazena septem se zavedenou jehlou pro *bleed*.
- Do zásobní nádoby je zavedena kanyla a současně je jehla pro *bleed* odstraněna.
- Před přenosem se nechá kanylou proudit po nějakou dobu inertní plyn.
- Kapalina je přenesena zavedením jednoho konce kanyly do přijímací nádoby a ponořením druhého konce pod meniskus kapaliny v zásobní nádobě (Obr.13).
- Po přenosu žádaného objemu se konec kanyly zvedne nad hladinu kapaliny, odstraní se *bleed* z přijímací nádoby a poté i kanyla. Pod inertem se obě nádoby uzavřou.
- Kanyla se bezprostředně vypláchne nereaktivním rozpouštědlem, poté rozpouštědlem, které zlikviduje potenciální části sušícího činidla a uskladní se na suchém místě*.

* Kanyla může být standardně uložena v exsikátoru nebo v sušárně. Pokud dojde k přenosu roztoků organokovů nebo roztoků uskladněných nad Na, CaH₂ je kanyla nejprve propláchnuta nepolárním uhlovodíkovým rozpouštědlem (toluen, cyklohexan) a poté polárním rozpouštědlem (aceton, ethanol), které funguje jako terminační činidlo (*quench*).



Obr. 13: Přenos kapaliny přetlakem inertu

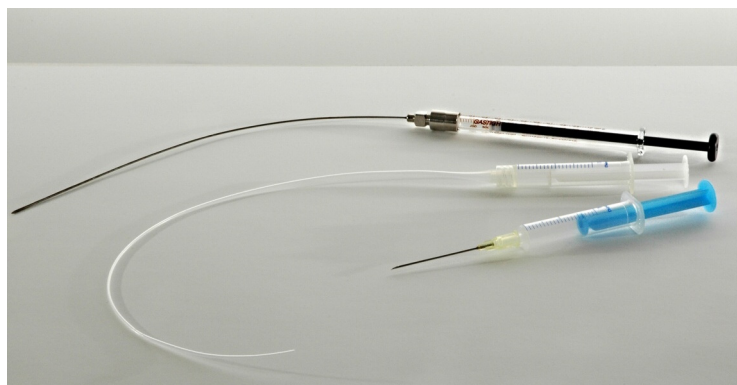
6.2.2 Stříkačková technika

Tato metoda slouží pro přenos malého odměřeného množství kapalin. Stříkačky jsou dostupné v několika typech (Obr. 14). Výhoda skleněné stříkačky spočívá v dobré odolnosti vůči rozpouštědlům a možnosti vyhřátí v sušárně. Plastové stříkačky nevykazují tak dobrou odolnost vůči rozpouštědlům a nelze je zbavit okludované vzdušné vlhkosti zahříváním, ukládají se do exsikátoru. Stříkačky s uzávěrem typu Luer-lock se používají pro dávkování, stříkačky s konusovým uzávěrem slouží přednostně pro aplikaci silikonů a tuků na zábrusové spoje. Pro přenosy kapalin, u kterých je nutná absolutní těsnost (například samovznětlivé butyllithium) se používají plynotěsné stříkačky s kovovým nebo teflonovým pístem. Jelikož jsou všechny součásti nahraditelné, mají delší životnost. Pro práci s objemy menšími než 0,5 ml jsou výhodné mikrostříkačky.

Jehly

Nejběžněji používané jehly jsou vyrobeny z nerezové oceli. Teflonové jehly mohou být použity v případě nutnosti extrémně velké odolnosti vůči chemikáliím. Jehly jsou kalibrovány pro daný objem a mají danou zádrž. Průměry jehel jsou označeny číslem - *gauge* (viz Tabulka 3). Delší jehly jsou pro svou ohebnost používány k přenosům kapalin, kratší se používají pro „bleed“ nebo terminace reakcí (*quench*).

V laboratoři se z ekonomických i praktických důvodů používají PE kapiláry, které je třeba si vyrobit. Pro zhotovení kapiláry je nejvhodnější PE hadice o rozměrech 6/8 (vnitřní průměr v mm a vnější průměr v mm).



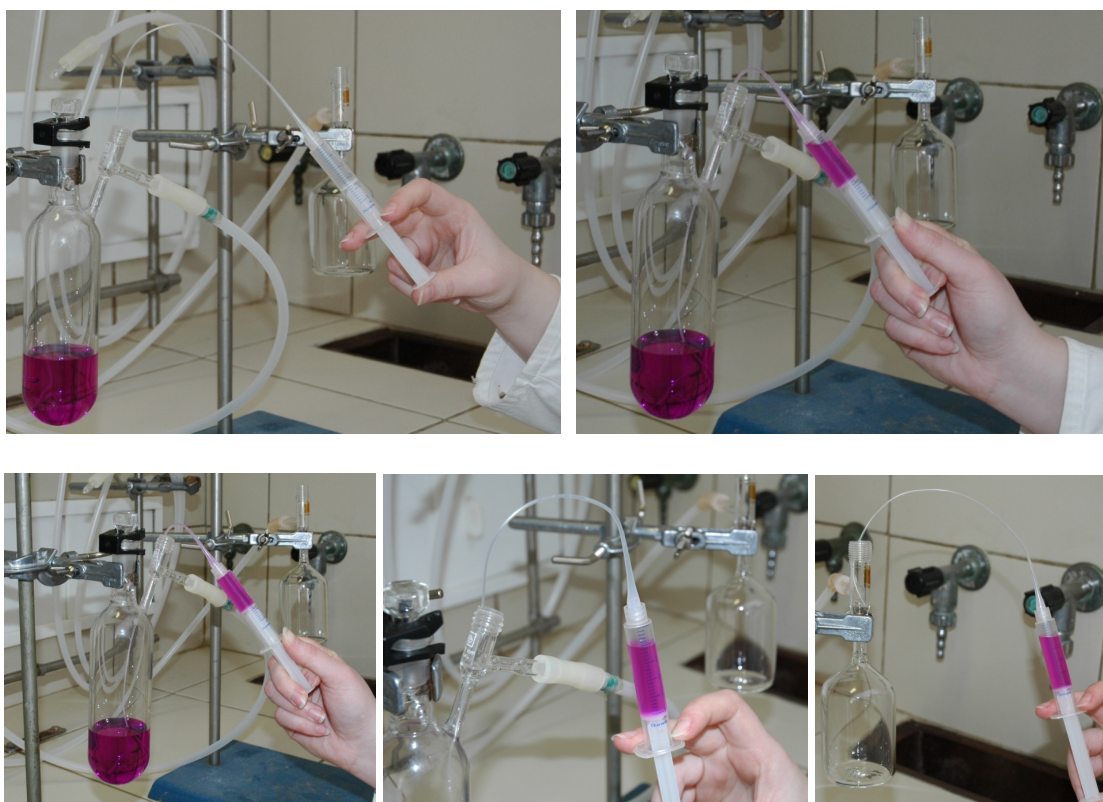
Obr. 14: Příklady stříkaček a jehel

Tabulka 3: Přehled velikostí a číslování jehel.

Objem	Vnější průměr (mm)	Gauge
5-10 μ l	0,47	26
25 μ l-1 ml	0,72	22
1-5 ml	0,91	20
5-10 ml	1,27	18
10-20 ml	1,65	16
Velké objemy (kanylance)	2,78	12

Postup přenosu:

- Prvním krokem je propláchnutí stříkačky inertem, v naší laboratoři se stříkačka i s jehlou (PE kapilárou) zasune do flexibilních PE hadic připojených k manifoldu (hadice se navleče až přes uzávěr Luer-lock) a nechá se jí protékat inert po dobu cca 15 minut.
- Stříkačka je odpojena od manifoldu a za plynulého vytlačování inertu přenesena do zásobní láhve (nádoby), kde je vytlačen zbytek inertu.
- Špička jehly je vložena pod meniskus a je odebrán mírně větší objem než je požadováno. Stříkačka je přitom situována ve svislé poloze.
- Špička jehly je vytáhnutá nad meniskus kapaliny, do stříkačky je opatrně natažen zbytek kapaliny z jehly spolu s bublinkami zbytkového inertu. Poté je pozvolně vytlačován inertní plyn do zásobní nádoby, dokud není jak jehla tak i stříkačka naplněna pouze odměřovanou kapalinou. Přesný objem je odměřen vytlačěním nebo nasátím kapaliny.
- Po přesném odměření je znovu natáhnut inertní plyn, jehla vytáhnutá ze zásobní nádoby a přes septum zavedena do přijímací láhve, kde se kapalina vytlačí.
- Ihned po transferu se stříkačka pečlivě vyčistí.



Obr. 15: Postup stříkačkové techniky

6.2.3 Septová technika

Gumové septum odděluje obsah reakční nádoby od okolního prostředí a umožňuje přenos kapalin a plynů pomocí kanyl a stříkaček. Septum je možné propichovat jehlami stříkaček o průměru 0,6-3,0 mm nebo šikmo seříznutou teflonovou kanylou o průměru 1,5-3,0 mm. Při použití teflonových nebo skleněných kapilár je třeba septum nejdříve propíchnout ostrou jehlou o průměru odpovídajícím průměru kapiláry. Septa lze aplikovat na zábrusové i GL spoje (Obr. 16). Vhodná volba materiálu, ze kterého je septum vyrobeno, je závislá na povaze přepravované kapaliny nebo plynu. Životnost sept je omezena počtem vpichů.

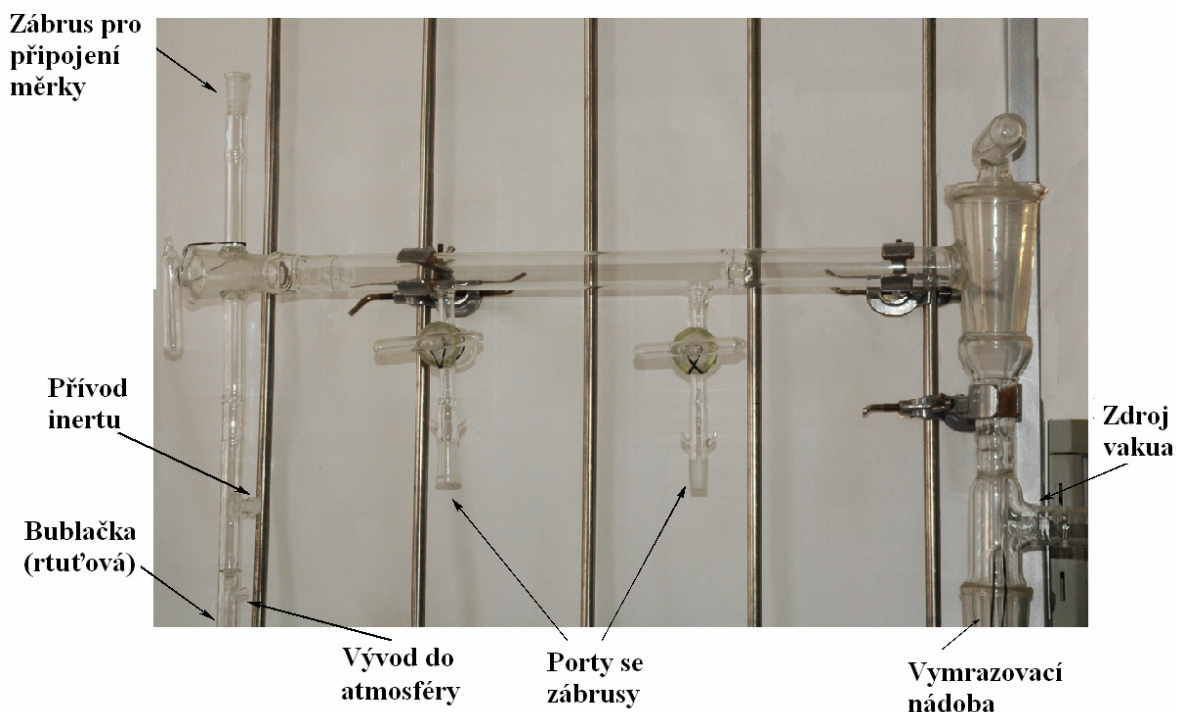


Obr. 16: Příklady sept různých velikostí

7 SPECIÁLNÍ VYBAVENÍ

7.1 Vakuová linka a manifold

Vakuová linka a manifold patří k základnímu vybavení laboratoří umožňujících práci pod inertní atmosférou a vakuem. Vakuová linka je tvořena skleněnou trubicí opatřenou kohouty (ventily) s výstupními porty, které jsou zakončeny zábrusovými spoji umožňujícími přímé připojení Schlenkových nádob (Obr. 17). Linka je na jednom konci napojena přímo na zdroj nebo laboratorní rozvod inertního plynu (argon, dusík) a na druhém konci je připojen zdroj vakua. Kohouty (ventily) umožňují buď napuštění linky inertem a nebo její evakuaci.



Obr. 17: Vakuová linka

Manifold je opatřen dvěma kanály, jeden pro rozvod vakua a druhý pro rozvod inertního plynu (Obr. 18). Kanály jsou v místech portů propojeny trojcestnými kohouty se šikmým

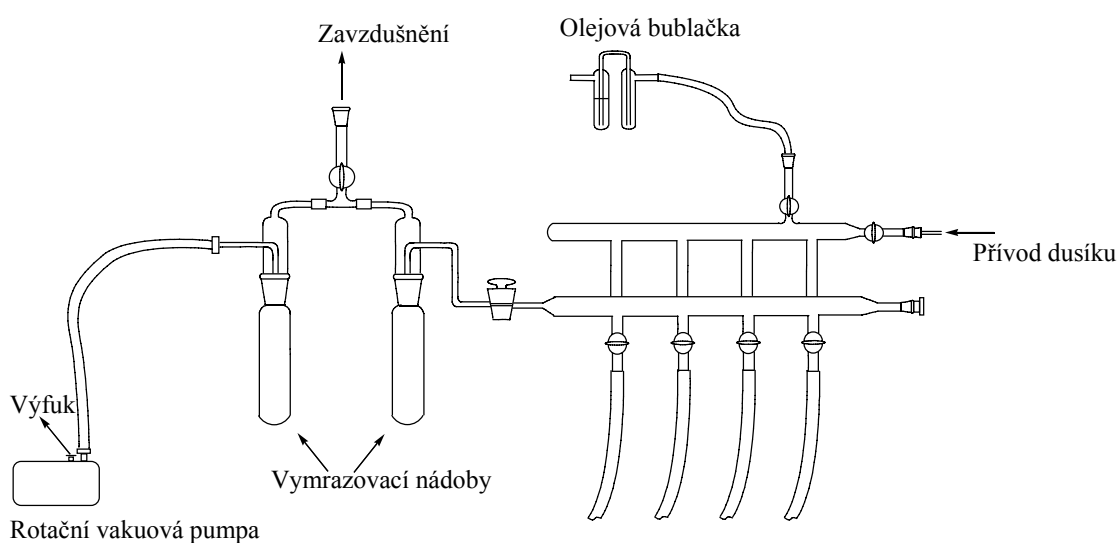
vrátím. Porty bývají zakončeny ohebnými, tvarově stálými PE hadicemi (chemicky odolné PTFE hadice jsou méně ohebné).

Jako inertní plyn se především z ekonomických důvodů používá vysoce čistý dusík (kvalita nejméně 99,999 %, obsah vody a kyslíku <1 ppm), který se před vpuštěním do rozvodu dosuší v sušicích věžích, které jsou naplněny molekulovými sítami (pro zachycení vody) a oxidem měďným (pro zachycení kyslíku). Při práci s přetlakem je nutné součásti aparatury zajistit proti samovolnému rozpojení klipsami případně pomocí pružinek (gumiček) natažených mezi skleněnými háčky nataženými na nádobě.

Jako zdroj vakua slouží rotační olejová vývěva. Vakuová pumpa musí být oddělena od aparatury aspoň jednou vymrazovací nádobou, která slouží jako lapač par rozpouštědel a těkavých látek (Obr.19). Při práci je vymrazovací nádoba ponořena do lázně s kapalným dusíkem o teplotě bodu varu $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (suchým ledem o teplotě sublimace $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$).



Obr. 18: Manifold



Obr. 19: Schéma manifoldu

7.2 Glave bag (rukavicový pytel)

Glave bag je podstatně levnější a prostorově méně náročnou variantou suchého boxu. Je tvořen PE vakem, jehož součástí je pár rukavic, napojení na přívod inertního plynu, napojení na odvod inertu a uzavíratelný vstupní otvor (Obr 20). Před zahájením vlastní práce je nezbytné pročišťovat *glave bag* průchodem inertního plynu a to v řádu několika hodin. Komerčně dostupné varianty disponují objemem 50-520 dm³. Výhodou tohoto PE pytle je snadná manipulace a nízké nároky na provoz. Nevýhodou je jeho poměrně nízká životnost. Nejčastěji se používá pro přesypání pevných látek do zásobních Schlenkových nádob.



Obr. 20: *Postup manipulace v PE pytli: a) umístění všech potřebných komponent do pytle a jeho pročišťování inertním plynem b) ukázka manipulace c) zásobní Schlenkova nádoba obsahující přesypanou pevnou látku*

8 VAKUUM A JEHO ZDROJE

8.1 Vakuum

Tímto pojmem se označuje stav uzavřeného prostoru, ve kterém je tlak plynu nebo páry nižší než atmosférický tlak okolního prostředí. Akceptovanou jednotkou tlaku v soustavě SI je Pascal, představující sílu jednoho Newtona, která působí na plochu 1 m². Ve starší literatuře se často vyskytují i jiné jednotky například atmosféra, Torr (odpovídá 1 mm Hg), bar, atd. Převody mezi jednotkami jsou uvedeny v Tabulce 4.

Dosažené vakuum může být klasifikováno na nízké (>0,1 Pa), dále vysoké vakuum (0,1-10⁻⁴ Pa) a ultravakuum (<10⁻⁶ Pa).

Tabulka 4: Přepočet jednotek tlaku

Jednotky tlaku	Pascal	Atmosféra	Torr	Bar
1 Pa	1 Pa	$9,869233 \cdot 10^{-6}$ atm	$7,500616 \cdot 10^{-3}$ Torr	10^{-5} bar
1 atm	101 325 Pa	1 atm	760 Torr	1,01325 bar
1 Torr	133,322 Pa	$1,315789 \cdot 10^{-3}$ atm	1 Torr	$1,33322 \cdot 10^{-3}$ bar
1 bar	10^5 Pa	0,9869233 atm	750,0616 Torr	1 bar

8.1.1 Měření vakua

Piraniho vakuometr

Měří tlak plynů a par v evakuovaných prostorech nepřímou metodou, založenou na principu měření tepelné vodivosti plynů v závislosti na jejich absolutním tlaku. Zařízení měří tlak v rozmezí $1 \cdot 10^5$ - $1 \cdot 10^{-1}$ Pa. Stupnice má spodní ($1 \cdot 10^{-1}$ - $1 \cdot 10^2$ Pa) a horní ($1 \cdot 10^2$ - $1 \cdot 10^5$ Pa) rozsah.



Obr. 21: Piraniho vakuometr s měrkou

Penningův vakuometr

Měří tlak plynů a par v evakuovaných prostorech nepřímou metodou, založenou na závislosti výbojového proudu v měrce na tlaku plynu. Zařízení měří tlak v rozsahu $5 \cdot 10^{-1}$ - $5 \cdot 10^{-6}$ Pa



Obr. 22: Penningův vakuometr s měrkou

8.2 Zdroje vakua

Vývěvy lze řadit do několika skupin lišících se tlakem, proti kterému čerpají, mezním vakuem a čerpací rychlostí.

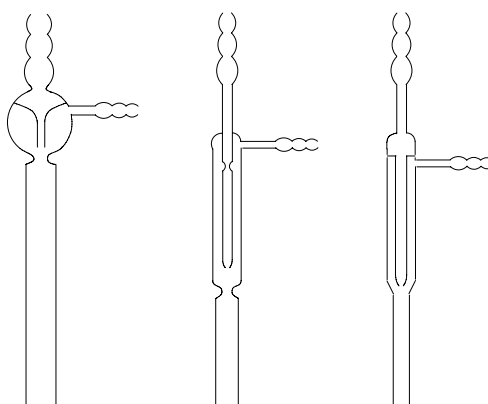
Jako mezní vakuum je definován nejnižší tlak, kterého lze dosáhnout v uzavřené aparatuře při čerpání danou vývěvou. Čerpací rychlost udává, jaký objem plynu odčerpá vývěva za daného vakua za jednotku času.

8.2.1 Vodní vývěva

Princip činnosti vodní vývěvy (Obr. 23) je založen na rovnici kontinuity a Bernoulliho rovnici. Z rovnice kontinuity vyplývá, že při zúžení průřezu trubice se musí zvýšit rychlost proudící kapaliny. Z Bernoulliho rovnice vyplývá, že tlak proudící kapaliny klesá s rostoucí rychlostí. Proud kapaliny je přiváděn do zužující se trysky, kde se rychlost kapaliny zvyšuje. Vstupuje do směšovací komory, kde strhává plyn z čerpaného prostoru. Kapalina (voda) pak odchází spolu s plynem z vývěvy do odtoku.

Mezní tlak vodní vývěvy je dán tenzí vodní páry při pracovní teplotě a jeho hodnoty jsou v rozmezí 2,0-2,3 kPa. Čerpací rychlost je u skleněných vývěv $3,6-7,2 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, u kovových vývěv je až $108 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

Při používání vývěvy musí být přívod vody puštěn na maximum a případná regulace hodnoty vakua se neprovádí snížením proudu vody, ale částečným zavzdušněním. Po skončení laboratorní práce se nejprve odpojí hadice do evakuovaného systému a poté se uzavře přívod vody do vývěvy, aby nedošlo například ke zředění a znečištění filtrátu vodou z vývěvy (například filtrace za sníženého tlaku).

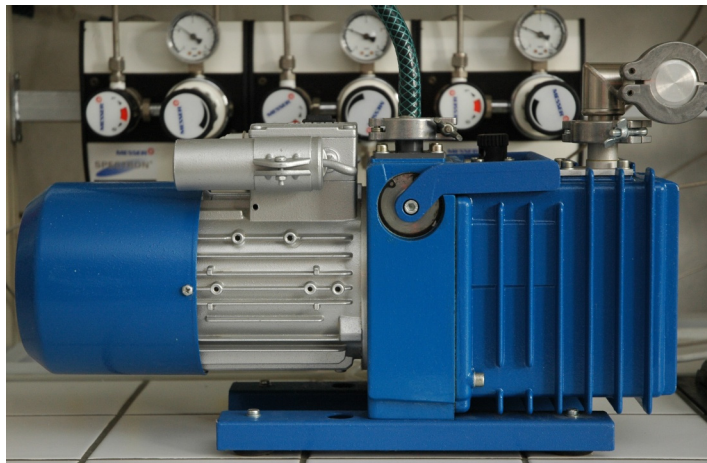


Obr. 23: Různé typy vodních vývěv

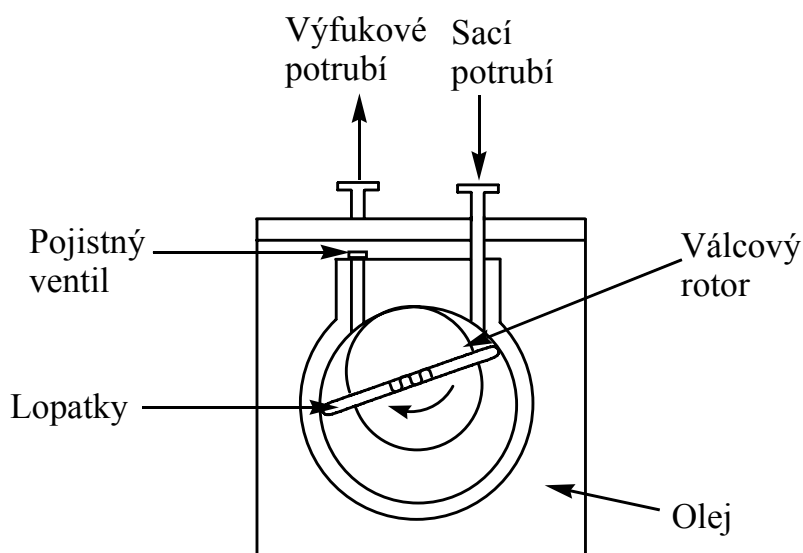
8.2.2 Rotační olejová vývěva

Rotační olejová vývěva (Obr. 24) je nejčastěji používaná vývěva u běžných vakuových aparatur. Může pracovat proti atmosférickému tlaku, dosahuje nízkého vakua řádově v desetinách Pa. Čerpací rychlost rotační vývěvy je $1-100 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

Vývěva se skládá z válcové pracovní komory (stator), ve které se otáčí excentricky uložený válcový rotor. V rotoru je mezera, ve které se pohybují dvě lopatky tak, že pomocné pružiny je přitlačují k vnitřním stěnám válcového prostoru. Pracovní prostor komory je takto rozdělen na tři části, jejich objem se střídavě zvětšuje a zmenšuje, čímž dochází k nasávání a vytlačení čerpaného plynu. Celé těleso vývěvy je ponořené v oleji. Olej má těsnicí, chladicí a mazací funkci, současně vyplňuje při nízkých tlacích mrtvý prostor a pomáhá otevřít výstupní ventil (Obr. 25).



Obr. 24: Rotační olejová vývěva



Obr. 25: Schematický průřez rotační olejovou vývěvou

8.2.3 Difúzní olejová vývěva

Difúzní olejová vývěva (Obr. 26) se používá pro vytvoření vysokého a za speciálních podmínek až ultravysokého vakua. Tato vývěva nečerpá proti atmosférickému tlaku, musí mít předřazenou pomocnou vývěvu (například rotační olejová vývěva).

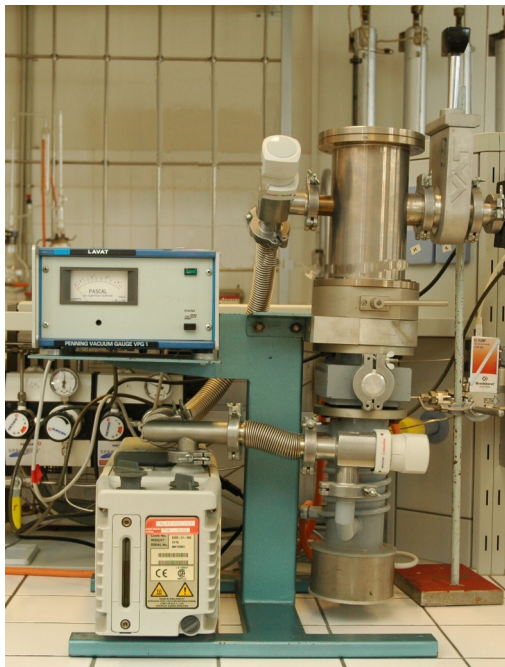
Princip činnosti difúzní vývěvy je založen na difúzi molekul plynu do proudu par pracovní látky – oleje (Obr. 27). Páry oleje, ohříváného ve výparníku, jsou vedeny parovodem do trysky, která je opatřena kloboučkem. Proud páry se poté obrátí oproti původnímu směru tak, že převážná část těchto proudů směřuje dolů. Molekuly plynu, které nadifundovaly do proudu par jsou unášeny směrem k výstupní straně vývěvy. V této části aparatury páry z kondenzují na vodou nebo vzduchem chlazených stěnách vývěvy a uvolněné molekuly plynu jsou odčerpávány pomocnou vývěvou.

Difúzní vývěvy jsou obvykle řešeny jako vícestupňové, v pracovním prostoru bývá několik trysek (2-4), z nichž každá pracuje výše popsáním způsobem.

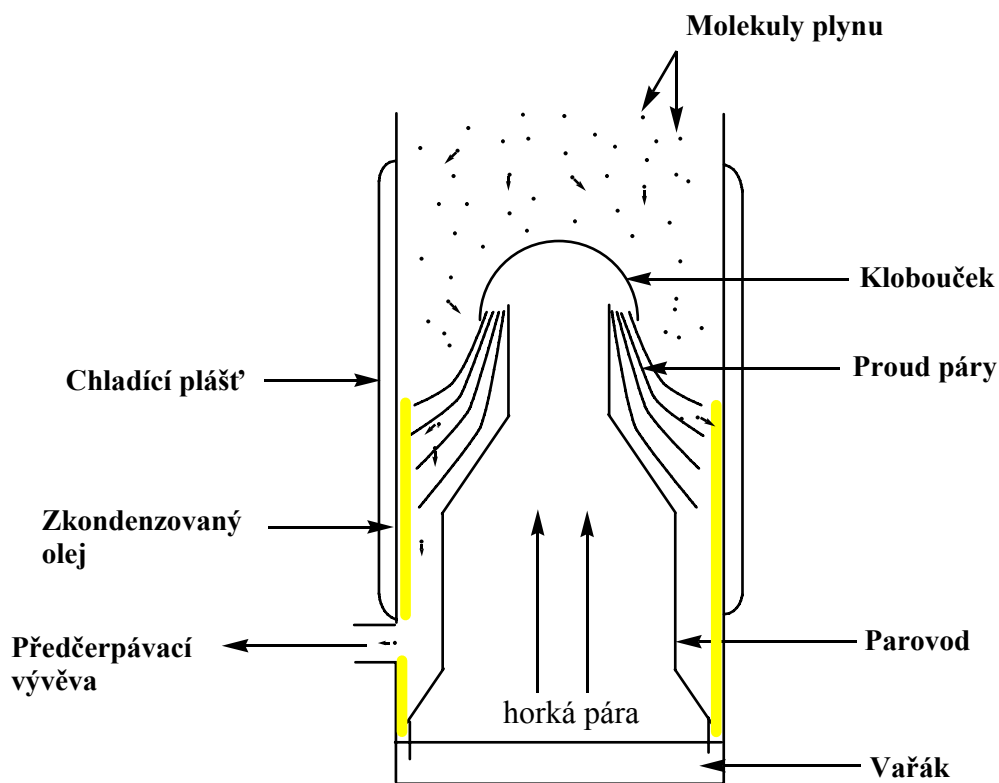
Do difúzních vývěv se používají nejčastěji silikonové oleje, dále minerální oleje, syntetické olejové látky (například ftaláty). Silikonové oleje jsou velmi stabilní, uchovávají

si své fyzikální vlastnosti a práce s vývěvou je proto méně náročná. Jejich životnost je prakticky neomezená.

Hraniční tlak (mezní vakuum) i čerpací rychlost vývěvy jsou závislé na konstrukci vývěvy, vlastnosti pracovní kapaliny a na počtu čerpacích stupňů.



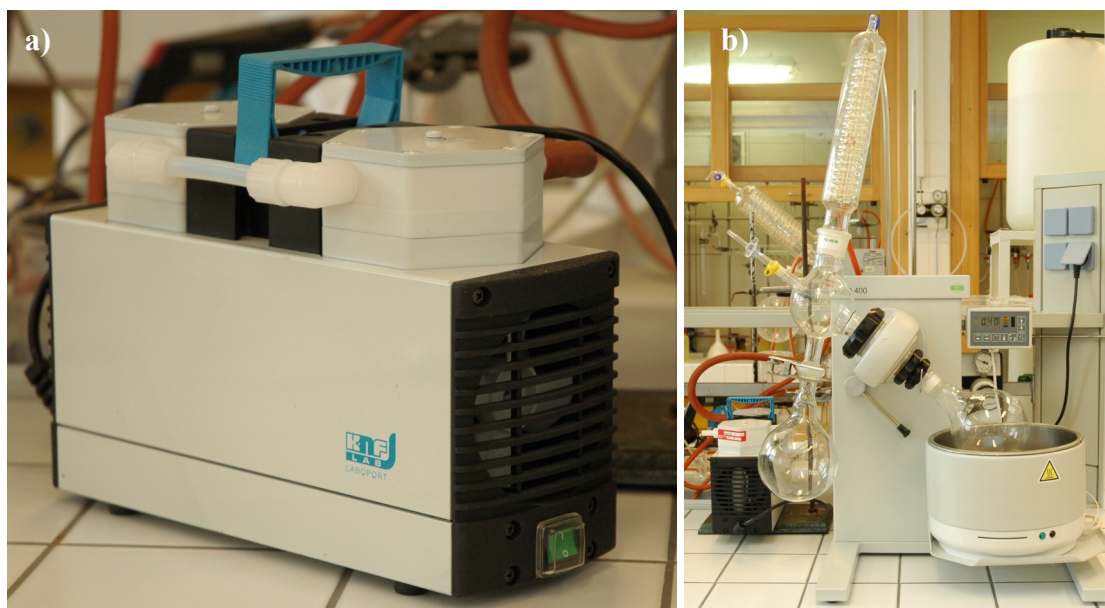
Obr. 26: Difúzní olejová vývěva s předřazenou rotační olejovou vývěvou a Penningovým vakuometrem



Obr. 27: Řez pracovním prostorem jednoduché difúzní olejové vývěvy

8.2.4 Membránová vývěva

Membránové vývěvy (Obr. 28a) jsou poháněny elektromotorem s konstantními otáčkami. Elektromotor pohybuje membránami v jedné nebo více komorách. Systém ventilů zabezpečuje odčerpávání vzduchu ze sací větve vývěvy. U těchto vývěv nedochází ke styku odčerpávaného prostředí s mechanickým ústrojím. Jsou proto vhodné i pro odčerpávání agresivních látek za předpokladu, že membrána i ventily jsou zhotoveny z chemicky odolných materiálů, například z teflonu. Tyto vývěvy jsou často součástí rotační vakuové odparky (Obr. 28b).



Obr. 28: a) Membránová vývěva b) Vakuová rotační odparka

9 PRACOVNÍ TECHNIKY

9.1 Sušení

Pod pojmem sušení se rozumí odstraňování malého množství cizí kapaliny nebo jejích par z pevných, plynných nebo kapalných látek. S výjimkou, kdy se odstraňuje organické rozpouštědlo se o sušení mluví jako o odstraňování vody nebo vodní páry. U reakcí s látkami citlivými na vlhkost by nedokonalé vysušení výchozích látek, rozpouštědel nebo inertního plynu mohlo způsobit snížení výtěžku, vznik nežádoucích rozkladných produktů nebo i fatální neúspěch syntézy. Některá sušící činidla jsou používána pouze pro předběžné sušení a jiná jsou vhodnější ke konečnému dosušování.

9.1.1 Charakterizace sušících činidel

K sušení plynů, kapalin i pevných látek se velmi často používají chemická činidla, které odnímají vodu. Činidla jsou při sušení plynů a kapalin v přímém kontaktu s látkou, v případě pevných látek jsou obě komponenty uloženy v uzavřeném prostoru a odděleny pórovitou přepážkou (například exsikátor).

Vyhovující sušící činidlo disponuje vysokou sušící účinností a kapacitou. Účinnost je dána tenzí vodní páry nad sušidlem. Kapacita udává množství vázané vlhkosti na jednotku hmotnosti činidla.

Pravidla pro výběr sušicího činidla:

- Nesmí reagovat se sušenou látkou, ani s rozpouštědlem.
- Musí být za podmínek sušení stálé.
- Účinek sušidla musí být rychlý a dokonalý.

Rozdělení sušících činidel

Lze je podle interakce s vodou dělit do několika skupin:

- a) Poutající vodu ve formě hydrátů: CaCl_2 , Na_2SO_4 , $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$, apod. Sušidla se odstraňují dekantací nebo filtrací, za zvýšené teploty (destilace) se voda z hydrátů opět uvolňuje.
- b) Reagující s vodou: P_4O_{10} , Na, CaH_2 , apod. Sušidla nelze regenerovat.
- c) Poutající vodu adsorpcí nebo chemisorpcí: silikagel, oxid hlinitý a molekulová síta. Zvýšením teploty případně i snížením tlaku se regenerují.

9.1.2 Přehled nejběžnějších sušících činidel

Bezvodý chlorid vápenatý

Chlorid vápenatý se používá jako náplň sušících trubic a věží k sušení plynů, dále jako účinná látka exsikatoru a k přímému sušení organických kapalin. Je znám jako poměrně stálé neutrální činidlo střední účinnosti k sušení široké řady organických sloučenin. S některými látkami vytváří adiční sloučeniny (například s alkoholy, aminy, aminokyselinami, fenoly, některými estery), a tedy jeho použití v přímém styku s látkou může být spojeno se ztrátami. Někdy se této schopnosti využívá při odstraňování malého množství organických kapalin (například z chloroformu nebo z ethyl-acetátu).

Bezvodý síran sodný

Síran sodný se používá k sušení organických kapalin a roztoků. Je málo účinný zvláště v nepolárních rozpouštědlech, ale pro jeho netečnost a snadnou dostupnost je často využíváný.

Sodík a draslík

Tyto kovy se používají jako velice účinná činidla pro sušení uhlovodíků a etherů, které jsou předsušené nebo obsahují minimum vody. Z etherů odstraňují kromě vlhkosti i přítomný alkohol ve formě alkalického alkoholátu, který je v etheru nerozpustný. Protože se povrch kovu pokrývá izolující vrstvou hydroxidu (alkoholátu) má omezenou sušící účinnost. Velký aktivního povrch je zajištěn rozkrájením na tenké plátky nebo použitím v drátkové podobě. V rozpouštědlech s bodem varu nad teplotou tání sodíku ($97,72\text{ }^\circ\text{C}$) se sušící povrch regeneruje během reflexu.

Méně často se používá slitina ze 16 dílů draslíku a 10 dílů sodíku, která je za laboratorní teploty kapalná a u níž je možno protřepáváním obnovovat aktivní povrch. Použití této slitiny zajišťuje vysokou sušící účinnost, nicméně klade vysoké nároky na bezpečnost provozu. *

* Nikdy nesmí být přidán kovový sodík k chlorovaným rozpouštědlům. Výsledkem může být prudká až explozivní reakce.

Sodík/benzofenon

Velmi častým sušicím systémem pro uhlovodíková a etherická rozpouštědla je intenzivně modrý radikál-anion vzniklý reakcí sodíku s benzofenonem. Další reakce se sodíkem poskytuje nachový radikál-dianion. Oba typy částic velmi ochotně reagují s vodou na bezbarvé až nažloutlé produkty. Základní podmínkou vzniku těchto částic je použití důkladně předsušených a odplyněných rozpouštědel.

Hydrid vápenatý

Hydrid vápenatý se používá jak pro předsušení tak jako hlavní sušidlo. Je vhodný pro aminy, pyridiny, uhlovodíky, chlorované uhlovodíky, DMF, DMSO, alkoholy, ethery a estery. U DMF, DMSO se nepoužívá destilace z hydridu. Práškový hydrid na vzduchu rychle stárne. Granulovaný hydrid se těsně před použitím musí roztřířit.

Oxid fosforečný

Oxid fosforečný je rychlým a nejúčinnějším sušidlem. Používá se pro náplně exsikátorů, dosušování látek a sušení plynů. Nehodí se pro sušení alkoholů, aminů, kyselin, ketonů, HCl, HF a H₂S. Nevýhodou při reakci s vodou je vznik kyseliny metafosforečné mající charakter sklovité vrstvy, která snižuje sušicí účinnost.

Molekulová síta

Molekulová síta jsou chemicky hlinitokřemičitany s trojrozměrnou krystalickou mřížkou obsahující dutiny, které mají pro jednotlivé druhy sít svůj charakteristický rozměr. Jsou to činidla s velkou kapacitou a účinností. Vzhledem k pravidelnému tvaru pórů absorbují molekuly jenom těch látek, jejichž rozměry jim dovolí do nich proniknout. Molekulová síta 3 A s rozměry dutin $3 \cdot 10^{-10}$ m (3 Å) jsou používána například pro acetonitril, methanol, ethanol a 4 A pro ostatní.

Aktivace sít se provádí promýváním eluotropickou řadou (ethanol, ethyl-acetát, dichlormethan, petrolether) a následným sušením po dobu několika hodin při 100 °C. Síta se regenerují zahříváním na 200-400 °C za vakua po dobu 3 hodin. Při kontrolované teplotní rampě se dutiny sít vyprázdňují, aniž by byla zničena krystalová mřížka.

Silikagel

Silikagel se hodí jako náplň absorbérů a exsikátorů. Je schopen pojmout 20-30 hmotnostních procent vody. Pro vizuální indikaci je zbarven kobaltnatými solemi, změna zbarvení ukazuje snížení účinnosti (modré → růžové). Regenerace se provádí zahříváním v proudu suchého vzduchu nebo v sušárně.

Oxid hlinitý

Oxid hlinitý má vysokou účinnost, snadno se s ním manipuluje, je chemicky inertní a přijme 15 až 20 hmotnostních procent vody. Snadno se regeneruje zahříváním na 175 °C.

Tabulka 5: Přehled postupů likvidací některých sušidel

Sušidlo	Postup*
sodík	- opatrně přidat ethanol, směs za občasného míchání nechat stát a potom přidat vodu - před přidáním vody je důležité, aby ve směsi nezůstaly kousky sodíku obaleného alkoholátem
draslík	- převrstvit xylenem a opatrně přidávat po kapkách <i>tert</i> -butylalkohol, dokud draslík nezreaguje - přidání ethanolu nebo vody před rozložením vede k explozi
hydrid vápenatý	- opatrně zředit ethanolem, nechat rozložit vzdušnou vlhkostí a pak opatrně přidat vodu

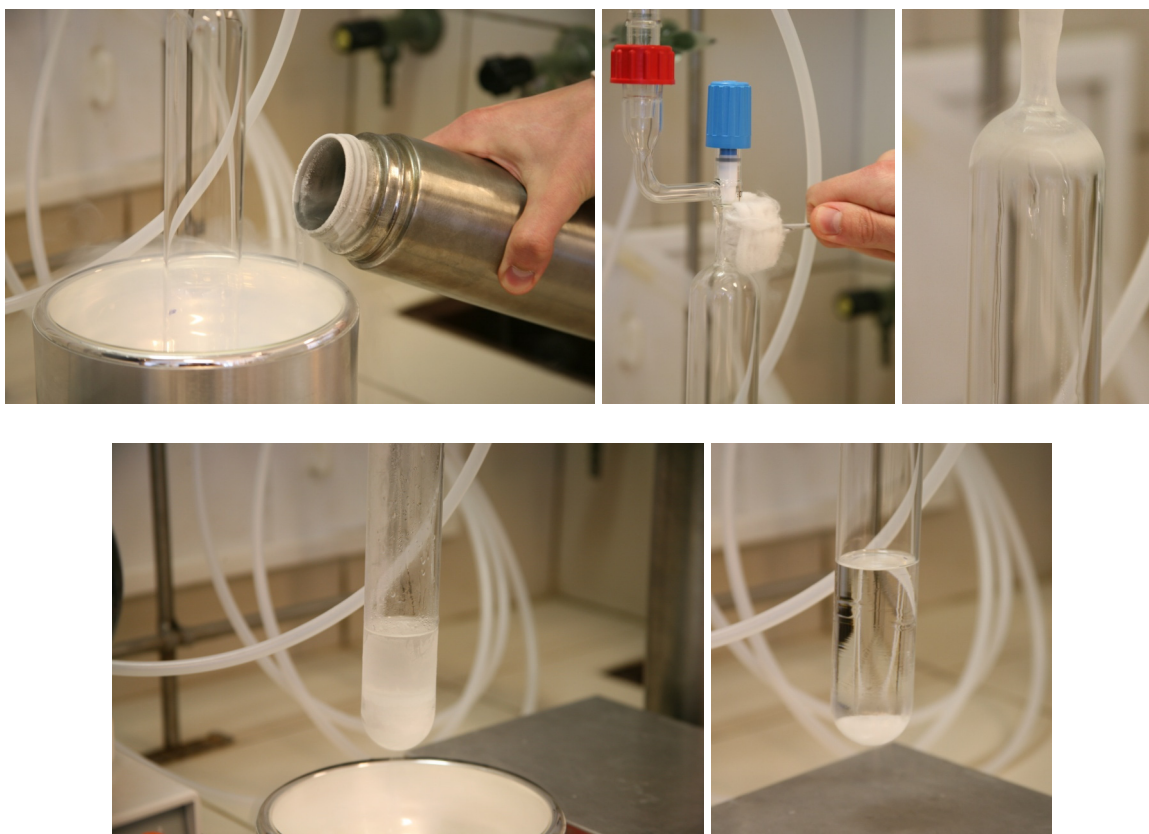
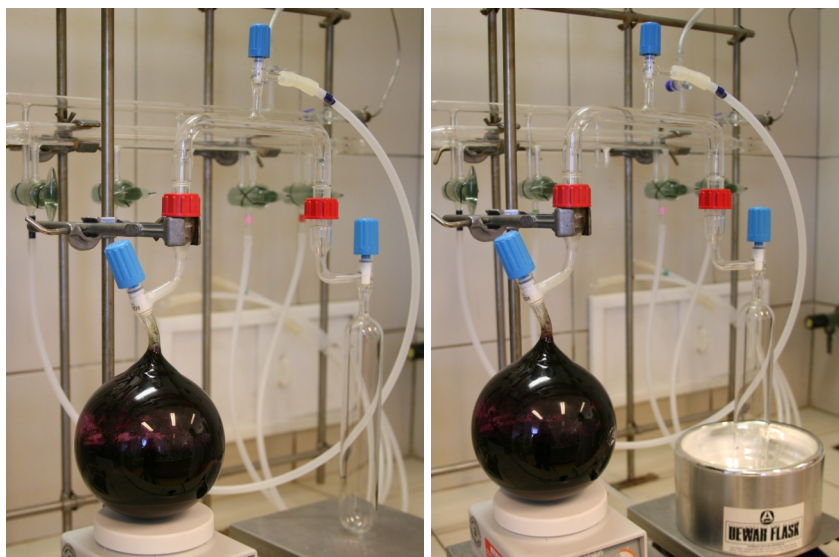
*Likvidace musí být prováděny v digestoři za dodržení bezpečnostních pravidel.

9.2 Destilace za vakua

Při snížení tlaku se sníží teplota varu sloučeniny (Clausius-Clapeyronova rovnice). Vysušená rozpouštědla a monomery jsou tímto způsobem destilovány čerstvě před použitím, v relativně krátké době lze tedy získat až 150 ml vysoce vysušeného destilátu. Větší objemy jsou získávány pomocí stálých refluxních aparatur.

Postup destilace za vakua:

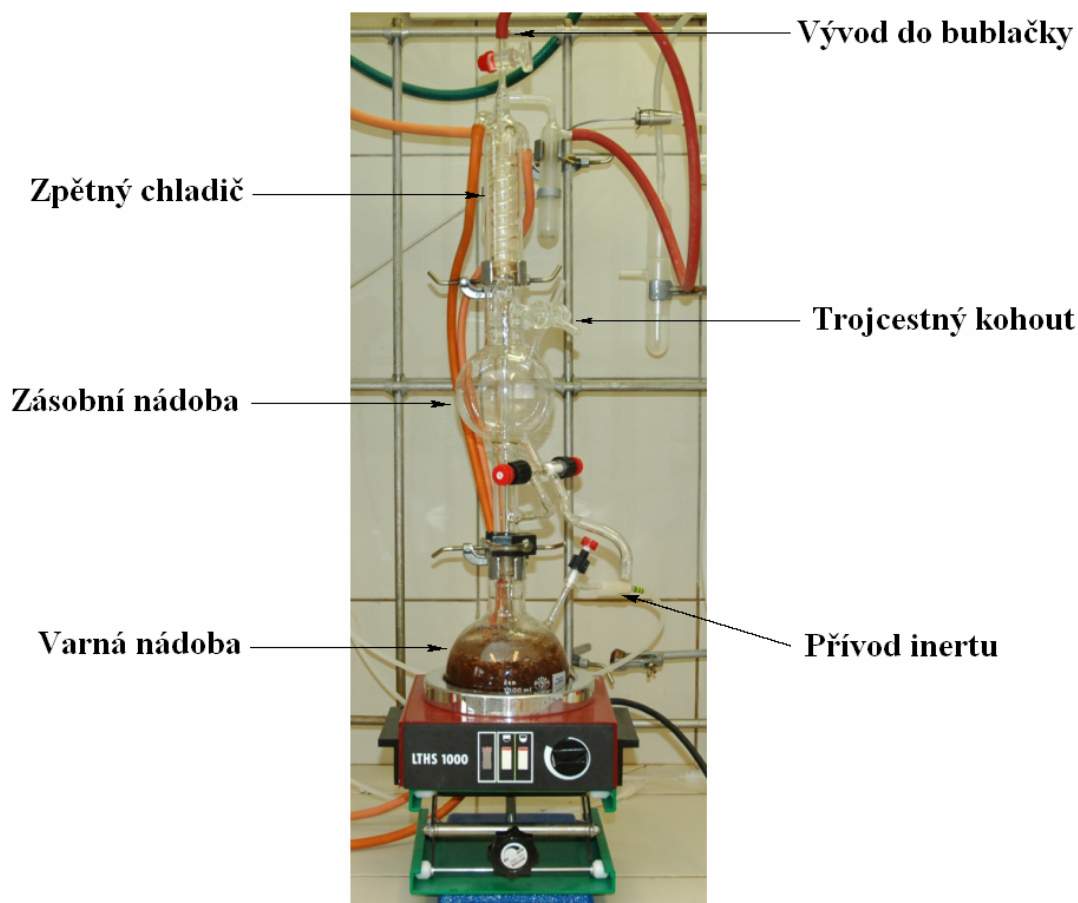
- Sestavená aparatura (jímací nádoba, spojovací most – *bridge*, prázdná varná nádoba) je připojena na zdroj vakua.
- Pro odstranění okludované vlhkosti se skleněné komponenty opakovaně vyžijají a po zchladnutí se uzavře ventil u jímací nádoby.
- Pod inertem se připojí varná nádoba s vysušenou kapalinou a nahradí tak předcházející prázdnou nádobu. Za uzavřeného ventilu na varné baňce je spojovací most připojen ke zdroji vakua. Před zahájením destilace je nutné z varné baňky za intenzivního míchání odstranit zbytky inertu a par z nádoby za působení vakua.
- Ventil spojující aparaturu se zdrojem vakua je uzavřen.
- Jímací nádoba se začne chladit kapalným dusíkem a současně se na ní otevře ventil.
- Současně s opatrným otevíráním ventilu na varné baňce dochází k varu reagens, páry kondenzují v jímací nádobě.
- Po oddestilování žádaného množství je ventil varné baňky uzavřen a zbytkové páry v jímací nádobě se nechají zkondenzovat.
- Jímací nádoba je uzavřena, přestane se chladit a nechá se temperovat na laboratorní teplotu.
- Po nasycení aparatury inertní atmosférou je otevřen ventil jímací nádoby a po naplnění inertem je ventil uzavřen a nádoba uskladní na tmavém, chladném místě.



Obr. 29: Postup vakuové destilace

9.3 Reflux

Reflux je zpětný tok destilátu do reakční nádoby, kterého se využívá ve stálých destilačních zařízeních (Obr. 30). Tato zařízení slouží k předsušení i k hlavnímu sušení rozpouštědel jako jsou například toluen nebo chlorbenzen. Do čisté a suché (zbavené okludované vlhkosti) nádoby se pod proudem inertu přenese rozpouštědlo se sušidlem. Směs je ponechána refluxovat v řádu několika hodin. Po uběhnutí potřebné doby se destilát jímá do zásobní nádoby, ze které se odebírá stříkačkou nebo kanylou proti proudu dusíku přes trojcestný kohout.



Obr. 30: Stálé destilační zařízení

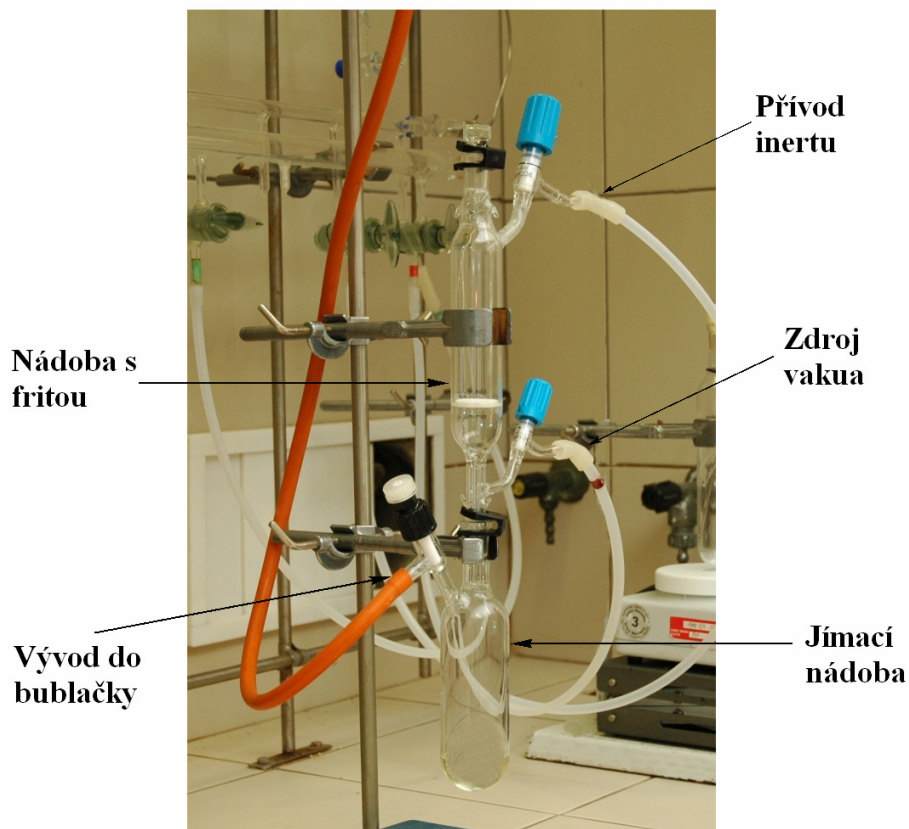
9.4 Filtrace

Filtrací rozumíme oddělování dvou fází pomocí polopropustné přepážky (frity), která propouští jen jednu fázi.

Postup filtrace:

- Aparatura je sestavena za horka (jímací nádoba, filtrační nádoba s fritou), připojí na zdroj vakua a nechá zchladnout, poté je propláchnuta dusíkem a znovu odčerpána, čisticí cyklus se opakuje několikrát.
- Za zvýšeného proudu inertu se připojí zásobní nádoba k filtrační tak, aby všechny ventily byly na stejné straně.
- Zátky a spoje musí být zajištěny klipsami proti samovolnému rozpojení při manipulaci.
- Ventil pro přívod inertu na zásobní nádobě je uzavřen.
- Aparatura je uchopena pomocí obou rukou a obsah v zásobní nádobě je promíchán tak, aby pevná složka s kapalinou vytvořila suspendovalu.
- Celá aparatura se opatrně převrátí o 180 ° opět do svislé polohy tak, aby ventily směřovaly nahoru. Pevná složka se nechá usadit na fritě.
- Pokud je pevná látka jemně dispergována, je nezbytné otevřít aparaturu přes bublačku do atmosféry, neboť velký rozdíl tlaků by mohl způsobit průchod jemných částic přes fritu do jímadla.
- Jestliže se sníží filtrační rychlost vlivem ucpání frity pevnou složkou, je možné docílit jejího zvýšení snížením tlaku pod přepážkou (fritou). Za uzavřeného přívodu inertu je ventil v prostoru pod fritou připojen ke zdroji vakua.

- Po odfiltrování veškerého roztoku se filtrační koláč promyje čerstvým rozpouštědlem.
- Dovolí-li konzistence roztoku jeho přenos pomocí kapiláry nebo stříkačky, není zapotřebí připojování další nádoby ani obtížná manipulace. Roztok se převede na fritu a filtruje již popsaným postupem (Obr. 31).



Obr. 31: Aparatura pro filtraci pod inertní atmosférou

10 ZÁVĚR

V této práci byly popsány základy bezpečnosti práce a první pomoci při úrazech vztažené ke konkrétní laboratoři polymerních syntéz a katalytických prekurzorů na FCH. Dále byly v jednotlivých kapitolách rozepsány používané skleněné nádoby a jejich příslušenství, základní pracovní úkony, speciální vybavení, vakuum a jeho zdroje a pracovní techniky. Texty byly doplněny příslušnými schematickými nákresey a fotografiemi. Teoretický úvod technik byl zpracován po nastudování z níže uvedených literárních zdrojů a jednotlivé postupy byly sepsány po konzultaci s pracovníky laboratoře. Tato práce by měla sloužit jako studijní podklad pro pracovníky zabývající se syntézami organokovových komplexů, polymerních katalyzátorů a vlastních polymerů.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] Errington R., J.: *Advanced Practical Inorganic and Metalorganic Chemistry*. First edition. London: Blackie Academic&Professional, 1996. 288 p. ISBN 0-7514-0225-7.
- [2] Shriver D., F.: *The Manipulation of Air – sensitive Compounds*. New York: McGraw-Hill, 1969. 299 p.
- [3] Kvičala J.: *Laboratorní technika organické chemie*. 1. vyd. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 1998. 182 s. ISBN 80-7080-322-3.
- [4] Plesch P. H.: *High vacuum techniques for chemical syntheses and measurements*. First Publisher, Cambridge University Press, New York 1989. 167 p. ISBN 0-521-25756-5.
- [5] Kiel B. a kol.: *Laboratorní technika organické chemie*. 2. vyd. Praha: Nakladatelství ČSAV, 1963. 946 s.
- [6] Nováček E., Potáček M., Janků S.: *Laboratorní technika ke cvičení z metod organické chemie*. 1. vyd. Brno: Vydavatelství MU, 1997. 91 s. ISBN 80-210-1500-4.
- [7] Zobač L.: *Základy vakuové techniky*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1954. 316 s.
- [8] Lukáč P., Martišoviš V.: *Netesnosti vákuových systémů*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1981. 240 s. 63-038-81.
- [9] Pazdera P., Potáček M.: *Cvičení z metod organické chemie*. 2. vyd. Brno: Ediční středisko MU, 1992. 161 s. ISBN 80-210-0434-7.
- [10] Šavel J.: *Elektrotechnologie: Materiály, technologie a výroba v elektronice a elektrotechnice*. 4. vyd. Praha: Ben, 2006. 314 s. ISBN 978-80-7300-190-2.
- [11] Průvodní technická dokumentace vakuometr Penning Lavat. Chotutice (CZ): Lavat 1991.
- [12] Průvodní technická dokumentace vakuometr Pirani Lavat. Chotutice (CZ): Lavat 1991.
- [13] *Wikipediw, otevřená encyklopedie*: Tlak [online]. 2002 [cit. 2008-04-08]. Dostupný z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/Tlak>>.
- [14] *Wikipedia, the free encyclopedia*: Wilhelm Schlenk [online]. 2001 [cit. 2008-03-19]. Dostupný z WWW: <http://en.wikipedia.org/wiki/Wilhelm_Schlenk>.
- [15] *Wikipedia, the free encyclopedia*: Schlenk flask [online]. 2001 [cit. 2008-04-16]. Dostupný z WWW: <http://en.wikipedia.org/wiki/Schlenk_flask>.
- [16] *Hasicí přístroje, hydranty, požární zprávy*: SNĚHOVÉ HASICÍ PŘÍSTROJE (CO₂) [online]. 2006 [cit. 2008-04-28]. Dostupný z WWW: <<http://www.hasici-pristroje.net/snehove/>>.
- [17] *Obecné zásady první pomoci při nehodách v chemické laboratoři* [online]. 2006 [cit. 2008-03-21]. Dostupný z WWW: <http://www.fch.vutbr.cz/ictep/studijni_materialy/Prakt_OCH/Prvni_%20pomoc.pdf>.

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

BUT	Brno university of Technology
DMF	dimethylformamid
DMSO	dimethylsulfoxid
FCH	Fakulta chemická
GL	šroubový spoj
ISO	Mezinárodní organizace pro normalizaci (International Organization for Standardization)
IF	Impact factor
NZ	normalizovaný zábrus
PE	polyethylen
PTFE	polytetrafluorethylen
SI	Mezinárodní soustava jednotek (Systeme International d'Unités)
VUT	Vysoké učení technické v Brně

SEZNAM OBRÁZKŮ

[1]	Kuželový zábrus a jeho součásti	12
[2]	Schéma správného postupu při mazání kohoutu	13
[3]	Šroubový spoj, kombinace šroubového a zábrusového spoje	14
[4]	Typy ventilů lišících se způsobem těsnění dřívku	15
[5]	Kohout přímý, jednocestný	16
[6]	Wilhelm Schlenk	16
[7]	Typy Schlenkových baněk	17
[8]	Charakter výboje indikovaného při hodnotě vakua okolo 1 Pa	18
[9]	Žihání horkovzdušnou pistolí, žihání hořákem	18
[10]	Zbavování okludované vlhkosti tzv. bleedem	19
[11]	Ukázka pracovních pomůcek používaných v kanylové a stříkačkové technice	19
[12]	Postup ohýbání kovové kapiláry	20
[13]	Přenos kapaliny přetlakem inertu	21
[14]	Příklady stříkaček a jehel	22
[15]	Postup stříkačkové techniky	23
[16]	Příklady sept různých velikostí	24
[17]	Vakuová linka	24
[18]	Manifold	25
[19]	Schéma manifoldu	25
[20]	Postup manipulace v PE pytli	26
[21]	Piraniho vakuometr s měrkou	27
[22]	Peninngův vakuometr s měrkou	27
[23]	Různé typy vodních vývěv	28
[24]	Rotační olejová vývěva	29
[25]	Schématický průřez rotační vakuovou vývěvou	29
[26]	Difuzní olejová vývěva	30
[27]	Řez pracovním prostorem jednoduché difúzní olejové vývěvy	30
[28]	Membránová vývěva, Vakuová rotační odparka	31
[29]	Postup vakuové destilace	35
[30]	Stálé destilační zařízení	36
[31]	Aparatura pro filtraci pod inertní atmosférou	37

SEZNAM TABULEK

[1]	Přehled některých mazadel	13
[2]	Zbarvení elektrického výboje při různých tlacích	17
[3]	Přehled velikostí a číslování jehel	22
[4]	Přepočítání jednotek tlaku	27
[5]	Přehled postupů likvidací některých sušidel	34