

Seznam obrázků

Obrázek 1: Termogravimetrická křivka pro dehydrataci H_3BO_3	28
Obrázek 2: Schéma aparatury pro dehydrataci H_3BO_3	29
Obrázek 3: Vrstevnatá struktura HBO_2 (III)	30
Obrázek 4: Příprava B_2O_3 termickou dehydratací H_3BO_3 za sníženého tlaku ..	32
Obrázek 5: Část aparatury pro přípravu B_2O_3	33
Obrázek 6: Struktura $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$	36
Obrázek 7: Destilace směsi $\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 + \text{CH}_3\text{OH}$	38
Obrázek 8: Aparatura pro rektifikaci azeotropní směsi $\text{B}(\text{OCH}_3)_3 + \text{CH}_3\text{OH}$..	39
Obrázek 9: Aparatura pro přípravu chloridu hexaaminkobaltitého	46
Obrázek 10: Aparatura pro přípravu chloridu pentaamin-chlorokobaltitého	47
Obrázek 11: Odpařování rozpouštědla z roztoku chloridu kobaltnatého	57
Obrázek 12: Schéma aparatury pro přípravu KClO_3	59
Obrázek 13: Šroubové spoje BOLA	62
Obrázek 14: Teflonové fitinky BOLA.	62
Obrázek 15: Příprava chlorečnanu draselného	63
Obrázek 16: Aparatura pro přípravu cyklopenta-1,3-dienů	67
Obrázek 17: Most pro připojení pěti aparatur ke zdroji plynného dusíku	68
Obrázek 18: Aparatura pro přípravu ferrocenu	69
Obrázek 19: Aparatura pro rekrystalizaci ferrocenu	70
Obrázek 20: Aparatura pro sublimaci ferrocenu	71
Obrázek 21: Příprava Bi_2O_3 termickým rozkladem $[\text{4BiNO}_3(\text{OH})_2\text{BiO}(\text{OH})]$...	73
Obrázek 22: Aparatura pro redukci Bi_2O_3 v proudu vodíku	77
Obrázek 23: Termický rozklad dichromanu amonného	80
Obrázek 24: Příprava chromanu draselného žháním směsi $\text{KOH} + \text{Cr}_2\text{O}_3$	83
Obrázek 25: Struktura kationtu $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ a $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$	90
Obrázek 26: Termogravimetrická křivka pentahydrátu síranu měďnatého	91
Obrázek 27: Aparatura pro nitraci acetofenonu	94
Obrázek 28: Aparatura pro redukci 3-nitroacetofenonu cínem a v HCl	97
Obrázek 29: Aparatura pro přípravu bromethanu	100
Obrázek 30: Aparatura pro destilaci bromethanu.	101
Obrázek 31: Aparatura pro přípravu Grignardova činidla	108
Obrázek 32: Aparatura pro azeotropní destilaci	110
Obrázek 33: Aparatura pro azeotropní destilaci	111
Obrázek 34: Rotační vakuová odparka	112

Obrázek 35: Aparatura pro frakční destilaci za sníženého tlaku	113
Obrázky 36a–d: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie	121
Obrázky 36e–h: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie	122
Obrázky 36i–l: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie	123
Obrázek 37: Schéma aparatury pro hydrogenaci kyseliny skořicové	134

Vlastnosti rozpouštědel

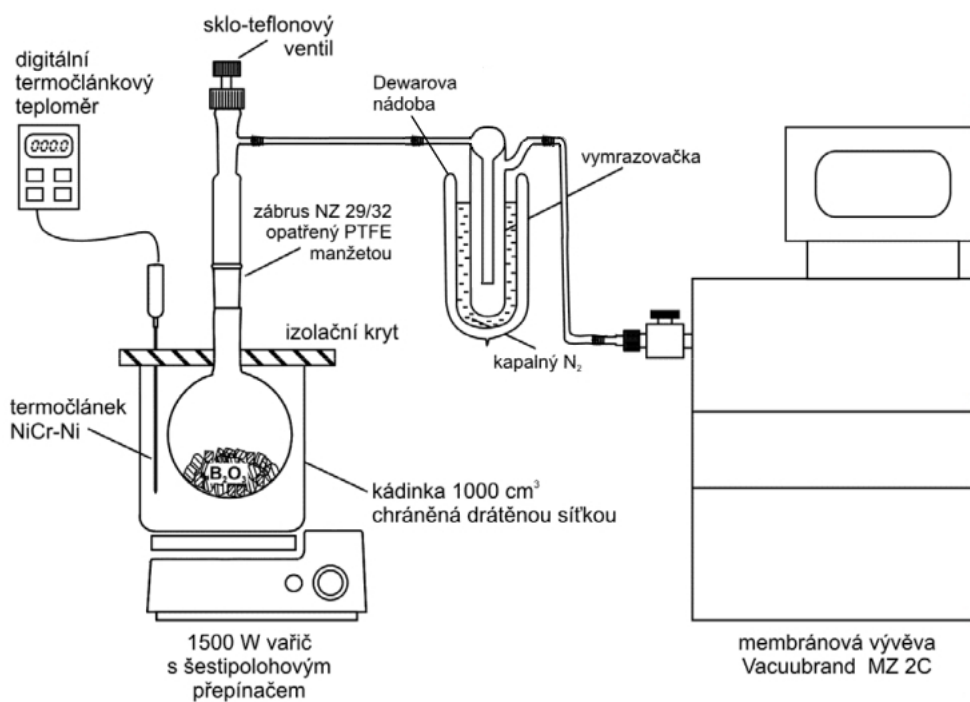
Látka	Vzorec	$M/\text{g mol}^{-1}$	$t.v./^{\circ}\text{C}$	$\rho^{20}/\text{g cm}^{-3}$	n_{D}^{20}
Aceton					
Cyklohexan					
Diethylether					
Dichlormethan					
Dimethylsulfoxid					
Ethanol					
<i>n</i> -Hexan					
Methanol					
Petrolether			40–60		
Toluen					

Hustoty a koncentrace vodných roztoků

Látka	w	$\rho/\text{g cm}^{-3}$	$c/\text{mol dm}^{-3}$
H ₂ SO ₄	0,96		
	0,60		
HNO ₃	0,65		
HCl	0,35		
NH ₃	0,25		
	0,10		
H ₂ O ₂	0,30		
	0,06		

rozdíel mezi teoretickým a skutečným úbytkem H_2O při dehydrataci nám umožní vypočítat množství HBO_2 zbývající v produktu a tudíž i zjistit výtěžek a čistotu připraveného B_2O_3 .

Připravený B_2O_3 ponecháme v dobře uzavřené baňce a použijeme jej k přípravě esteru $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$.

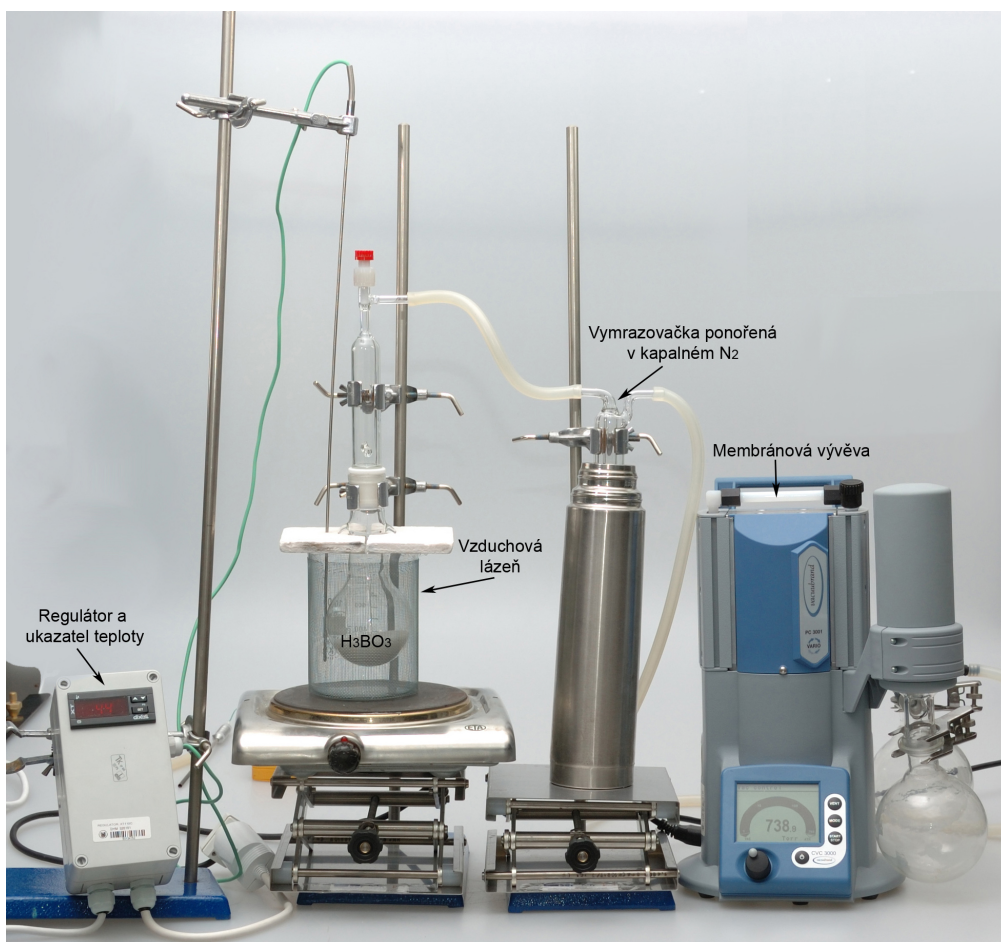


Obrázek 2: Schéma aparatury pro dehydrataci H_3BO_3 .

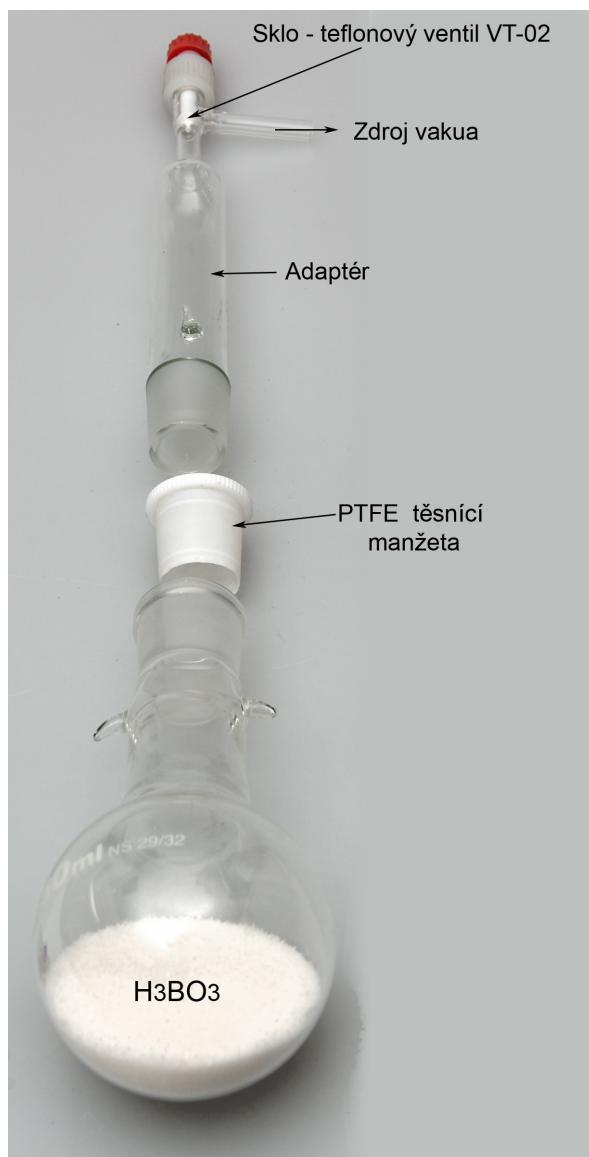
Vlastnosti:

Sklovitý B_2O_3 , který mimořádně obtížně krystaluje, je pravděpodobně tvořen vzájemně propojenými skupinami BO_3 , které vytvářejí převážně šestičlenné cykly $(\text{BO})_3$. Je zde tedy zachován základní strukturální rys HBO_2 (III), jejíž kondenzací B_2O_3 vzniká. Jeho bod tání leží při 450°C a hustota $\rho = 2,46 \text{ g cm}^{-3}$. Krystalický B_2O_3 je trigonální ($\rho = 2,56 \text{ g cm}^{-3}$) a jeho trojrozměrnou strukturu vytvářejí navzájem propojené, křížující se lomené řetězce, sestávající z planárních jednotek BO_3 . Taje rovněž při 450°C a extrapolovaná hodnota $t.v. = 2250^\circ\text{C}$. V tavenině se při teplotách nad 500°C vytvářejí polární skupiny $-\text{B}=\text{O}$ a nad 1000°C je pára tvořena výhradně monomerními molekulami $\text{O}=\text{B}-\text{O}-\text{B}=\text{O}$ s lomeným můstkem $\text{B}-\text{O}-\text{B}$. Oxid boritý je velmi hygroskopický a s vodou exotermicky reaguje za vzniku kyseliny borité. S alkoholy snadno tvoří estery a v alkalických hydroxidech se rozpouští na boritany.

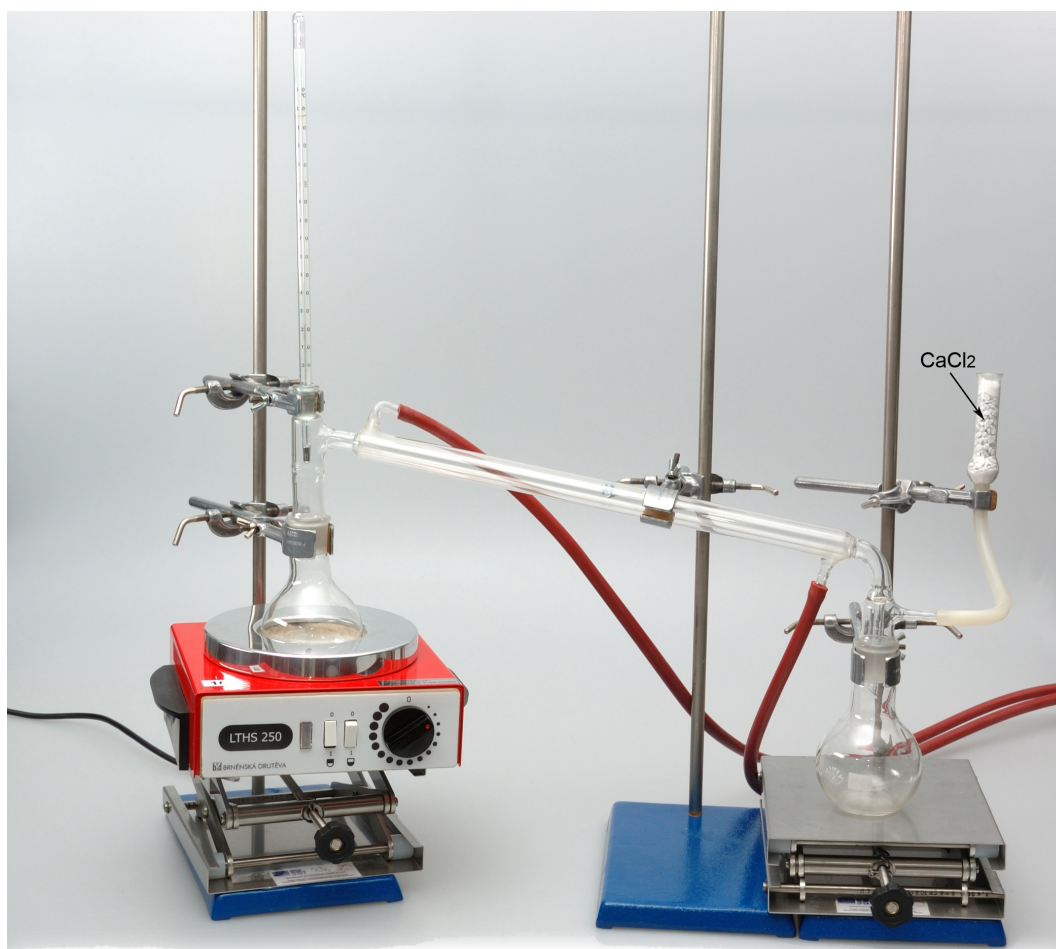
Ročně se vyrábí okolo 50 kt B_2O_3 , jenž se převážně spotřebuje při výrobě boro-křemičitých skel (Pyrex, Simax) a halogenidů boritých.



Obrázek 4: Příprava oxidu boritého termickou dehydratací H_3BO_3 za sníženého tlaku.



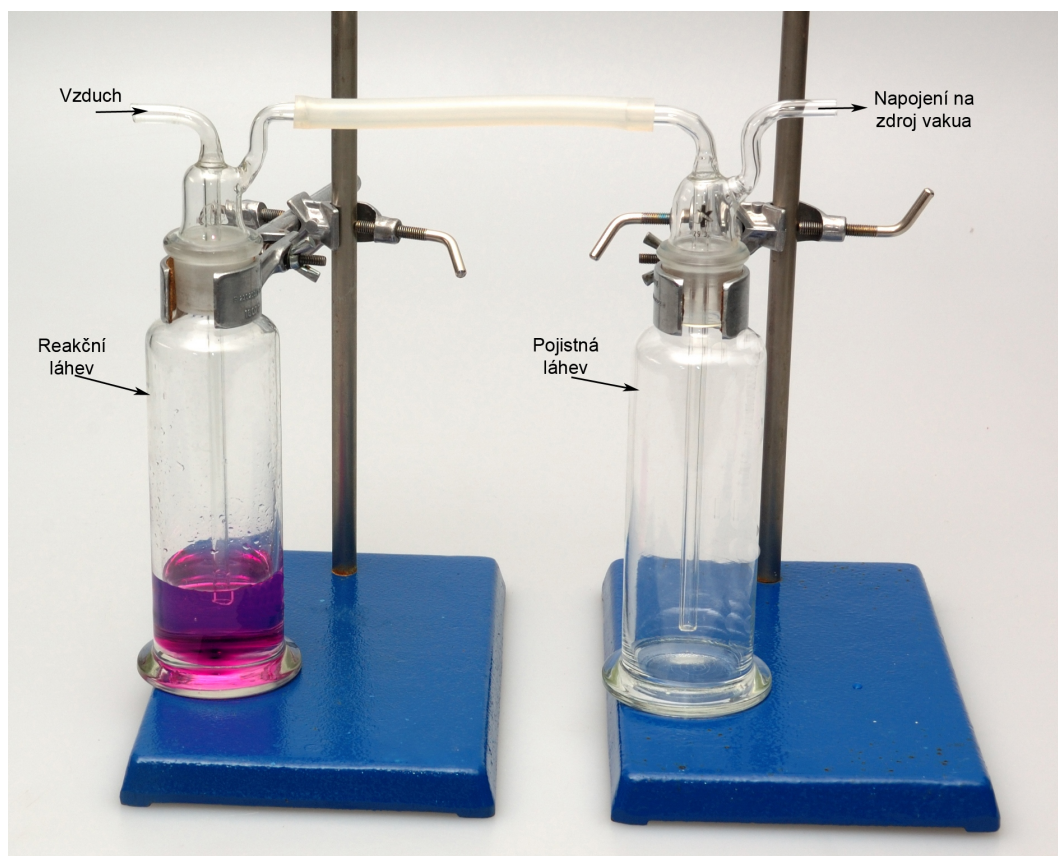
Obrázek 5: Část aparatury pro přípravu oxidu boritého.



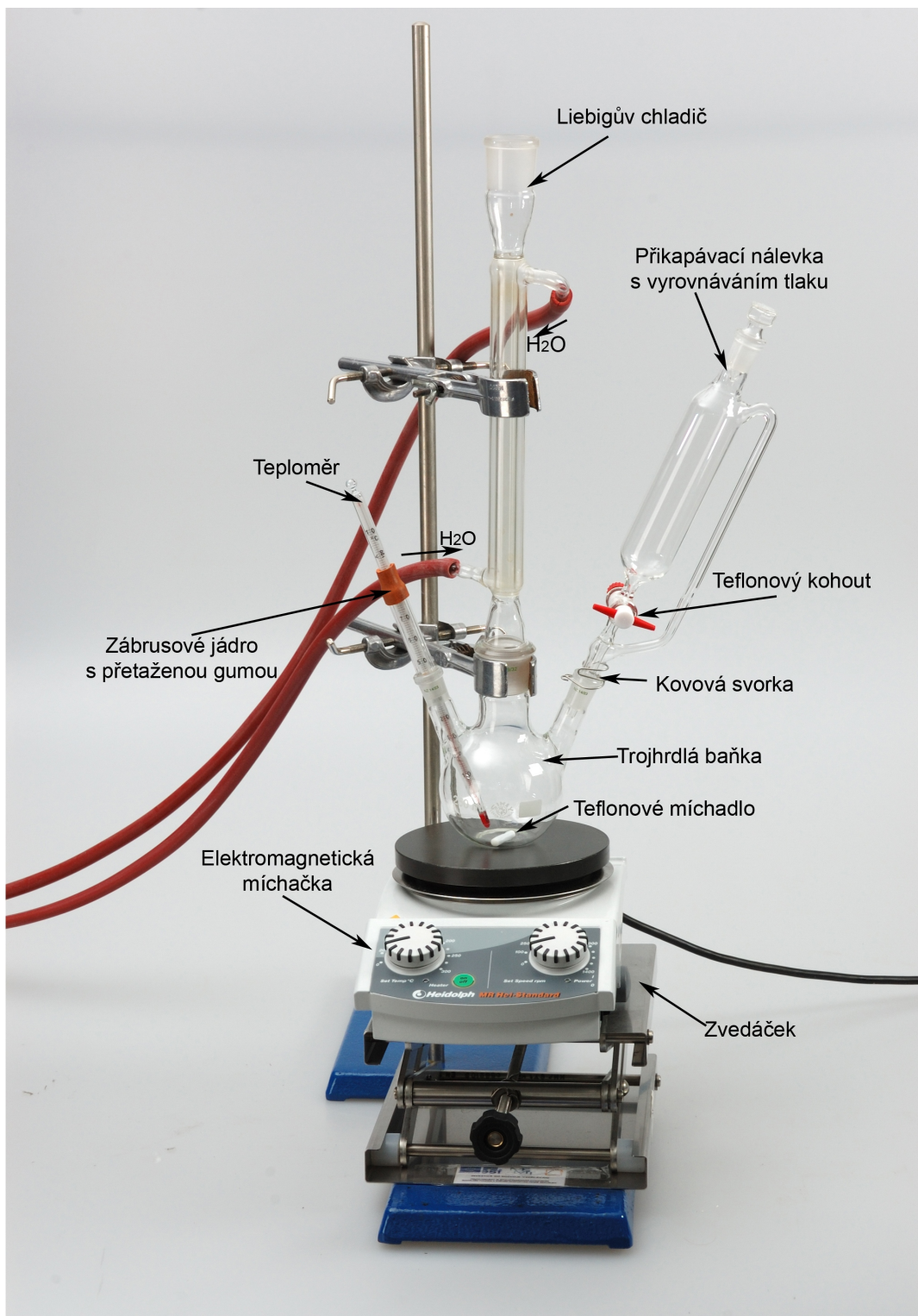
Obrázek 7: Destilace směsi $\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{B}(\text{OCH}_3)_3 + \text{CH}_3\text{OH}$.



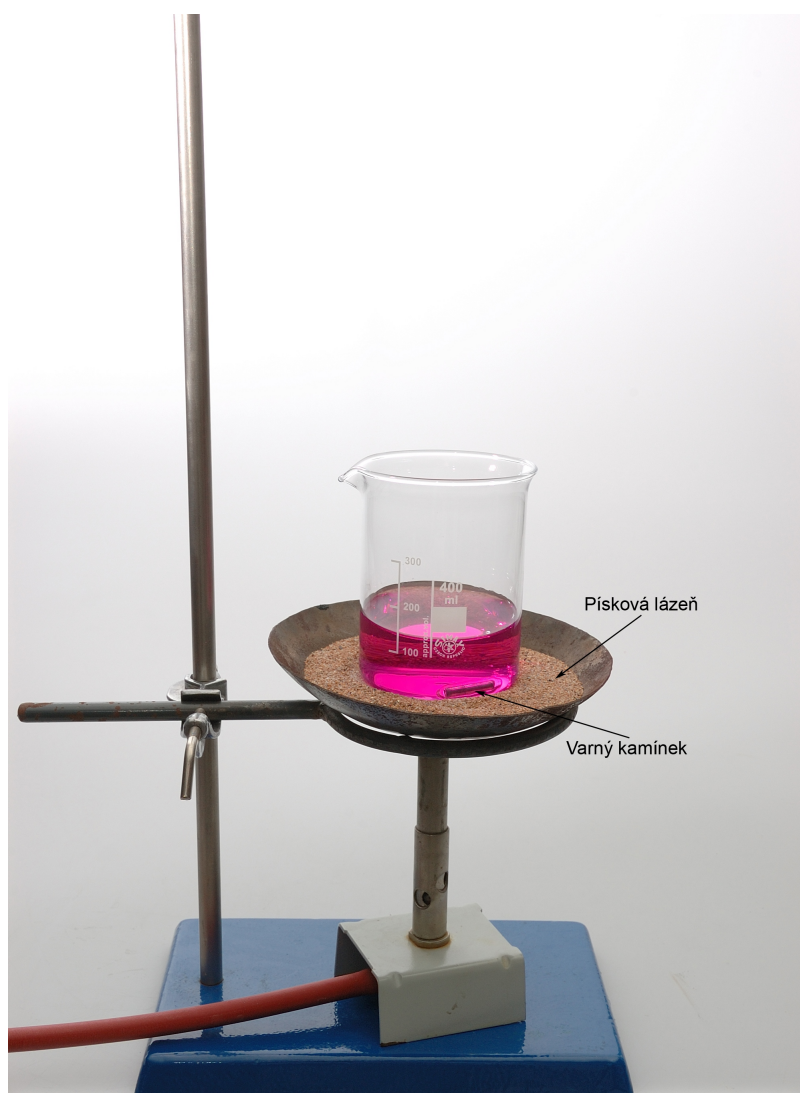
Obrázek 8: Aparatura pro rektifikaci azeotropní směsi $B(OCH_3)_3 + CH_3OH$.



Obrázek 9: Aparatura pro přípravu chloridu hexaaminkobaltitého.



Obrázek 10: Aparatura pro přípravu chloridu pentaamin-chlorokobaltitého.



Obrázek 11: Odpařování rozpouštědla z roztoku chloridu kobaltnatého.

Lze ji však do značné míry omezit přidavkem CrO_4^{2-} do elektrolytu. Katoda se pak potáhne vrstvou hydratovaného oxidu chromitého, který brání difúzi iontů ClO^- k jejímu povrchu.

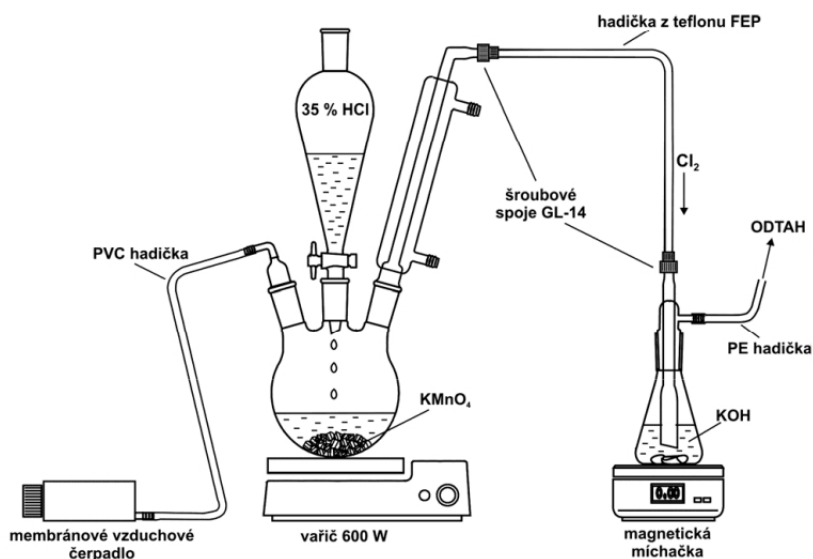
Průmyslově se takto vyrábí téměř výhradně NaClO_3 , z něhož lze získat KClO_3 konverzí s chloridem draselným.



Pro přípravu chlorečnanů jiných kovů je buď možné využít podvojně záměny mezi ve vodě rozpustným $\text{Ba}(\text{ClO}_3)_2$ a příslušným síranem nebo lze reakcí $\text{Ba}(\text{ClO}_3)_2$ se zředěnou kyselinou sírovou připravit vodný roztok kyseliny chlorečné (max. koncentrace 30–40 %) a v něm rozpustit vhodný uhličitan nebo hydroxid.

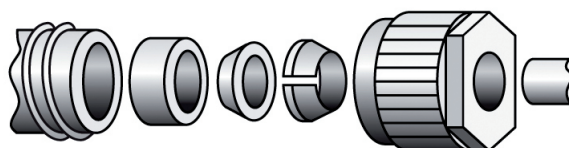
Postup:

Chlorečnan draselný připravíme reakcí chloru s roztokem hydroxidu draselného v aparatuře uvedené na následujícím obrázku. Ve varné baňce o objemu 250 cm^3 se zábrusem nejprve rozpustíme **30 g KOH** v **50 cm^3** vody, do roztoku vložíme tyčinkové teflonové míchadlo a baňku uchytneme do držáku ve výši cca 1 mm nad magnetickou míchačkou, kterou chráníme navlečeným PE sáčkem před potřísněním reakčním roztokem. Zaváděcí skleněnou trubicí spojíme pomocí trubičky z teflonu FEP, opatřené na obou koncích integrálními fitinkami pro šroubové spoje GL 14, s horním koncem zpětného chladiče, nasazeného na baňku pro vyvíjení chloru. **Je bezpodmínečně nutné dodržet pořadí a orientaci těsnících kroužků podle obrázků 13 a 14 na str. 62!** Není-li FEP trubička s integrálními fitinkami k dispozici, nahradíme ji FEP trubičkou s navlečenými krátkými hadičkami z PVC na obou koncích.

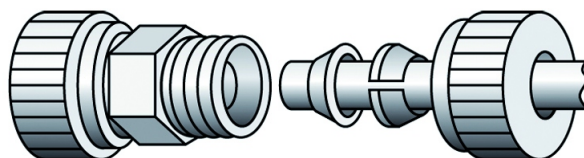


Obrázek 12: Schéma aparatury pro přípravu chlorečnanu draselného.

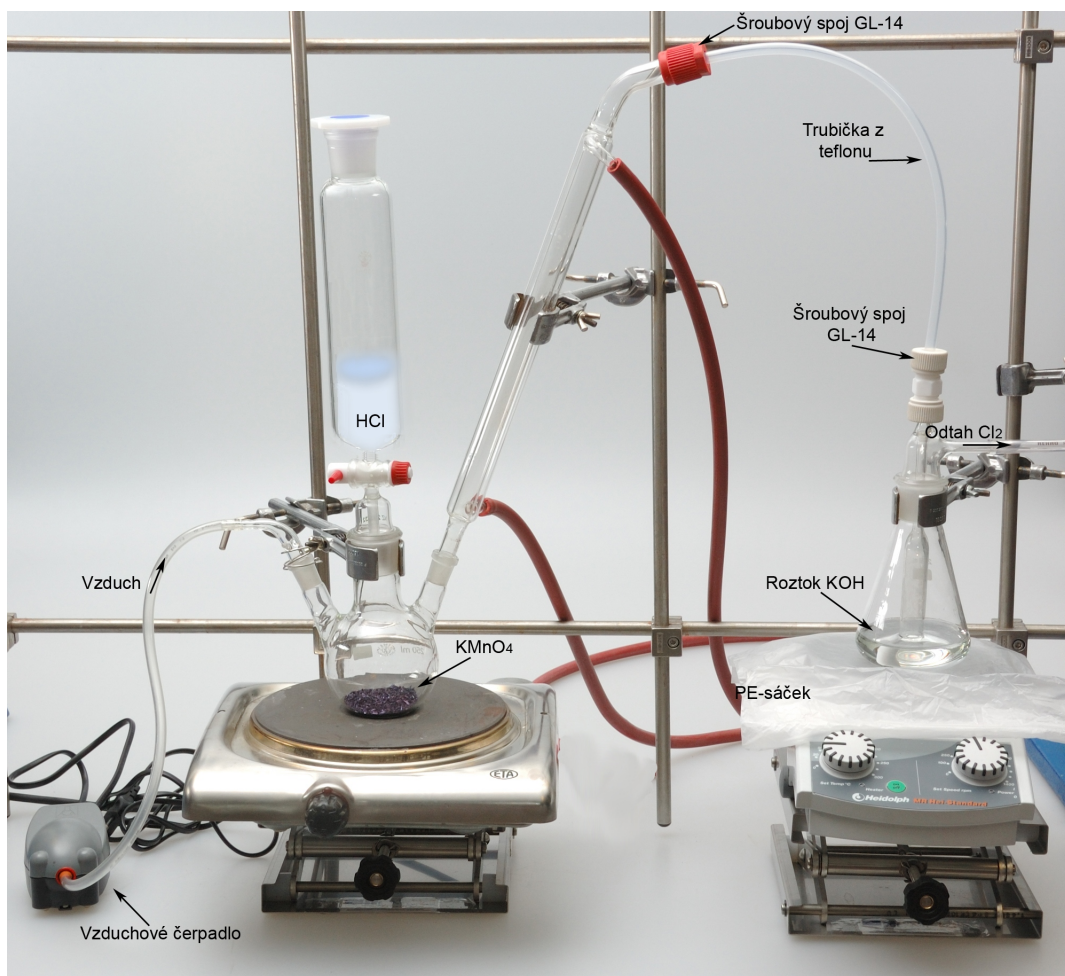
10. Průběh rozpouštění ClO_2 ve zředěném vodném roztoku KOH vyjádřete chemickou rovnicí a určete o jaký typ reakce se jedná.



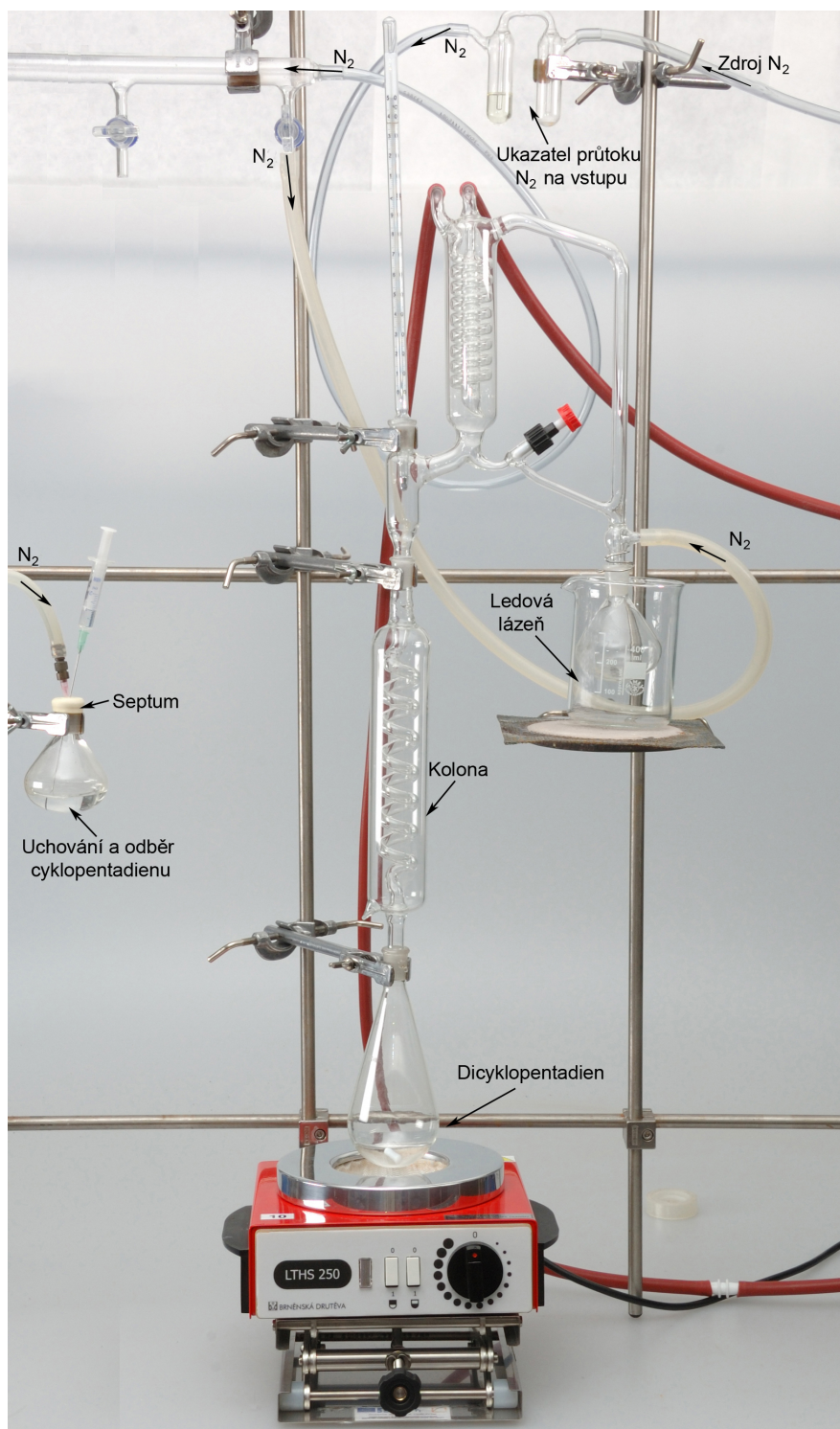
Obrázek 13: Šroubové spoje BOLA pro závity GL 14, GL 18 a GL 25 umožňují připojit plastové, skleněné nebo kovové trubičky o vnějším \varnothing 0,8 až 14,0 mm a vyrábějí se pro 14 různých průměrů. Teplotní rozsah použitelnosti je -50 až $+150$ °C, tlakový 0–10 bar. Materiálem exponovaným médiu je PTFE. Převzato s laskavým svolením Bohlender GmbH, www.bohlender.de.



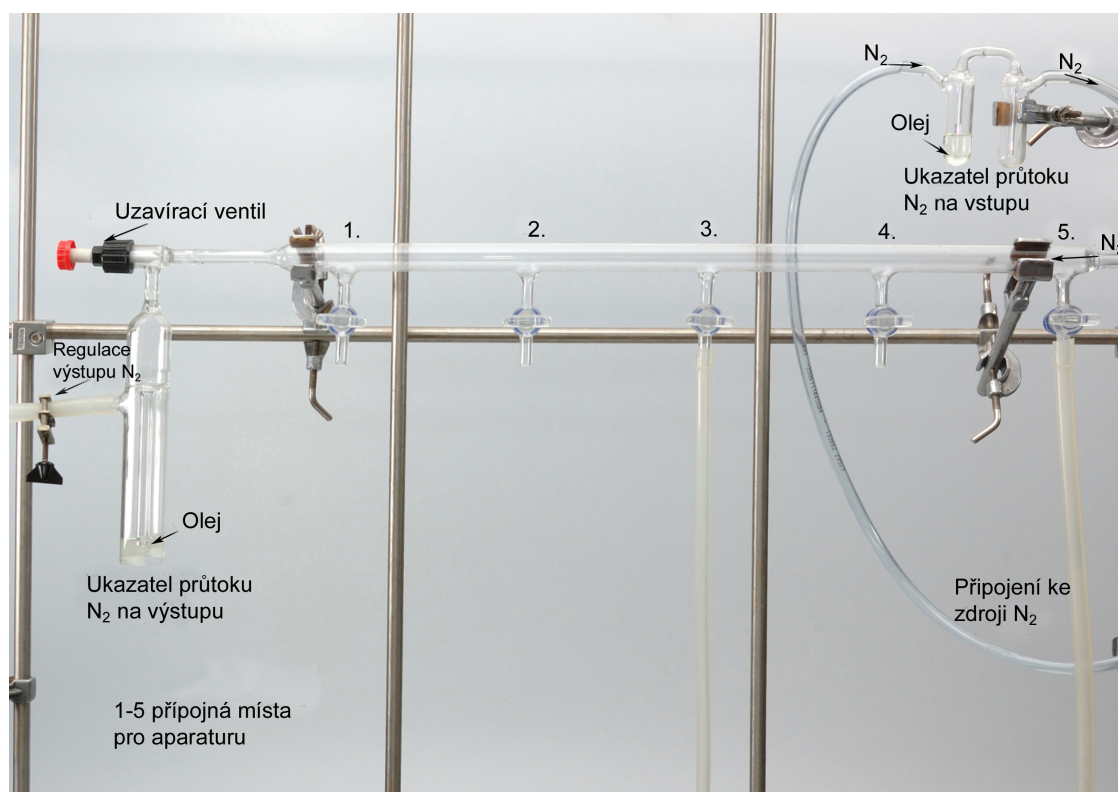
Obrázek 14: Teflonové fitinky BOLA pro spojování trubic o vnějším \varnothing 4,0 až 16,0 mm se vyrábějí pro 8 různých průměrů. Teplotní rozsah použitelnosti je -200 až $+250$ °C, tlakový 0–5 bar. Materiálem exponovaným médiu je PTFE. Převzato s laskavým svolením Bohlender GmbH, www.bohlender.de.



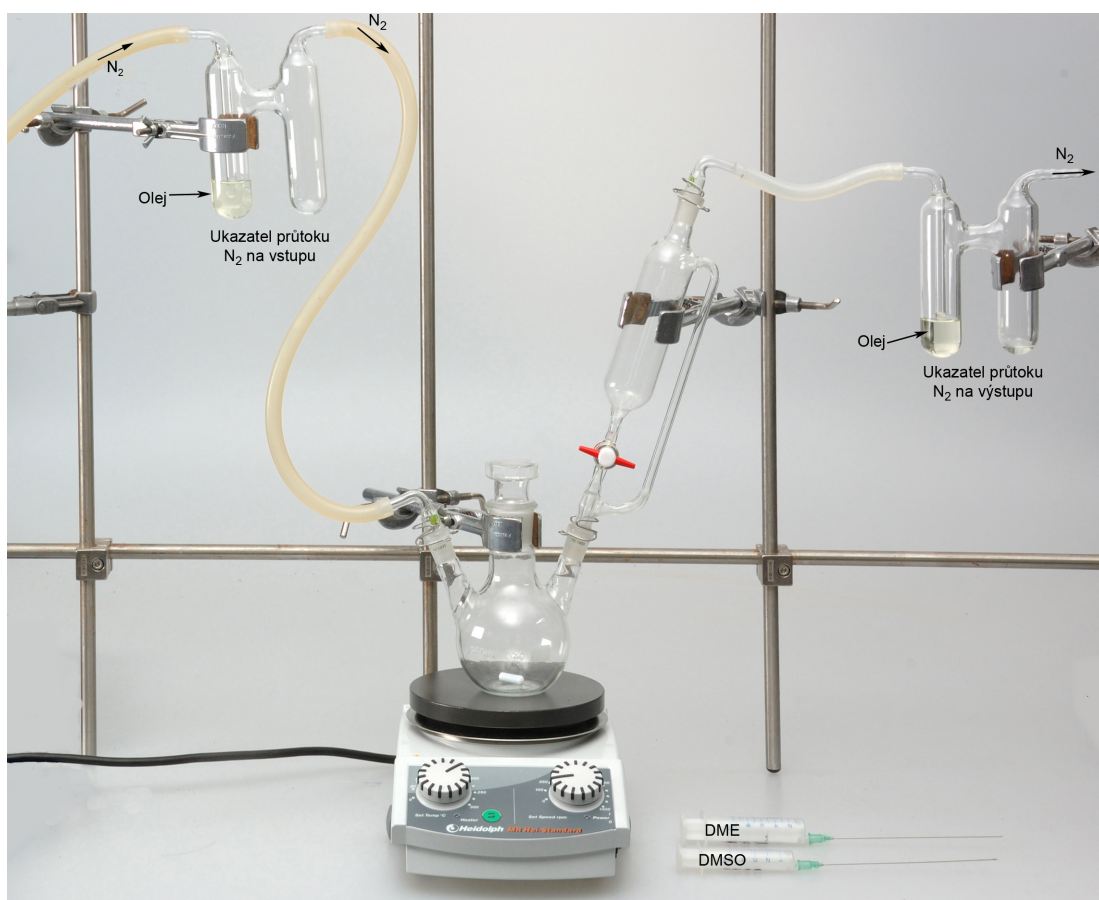
Obrázek 15: Příprava chlorečnanu draselného.



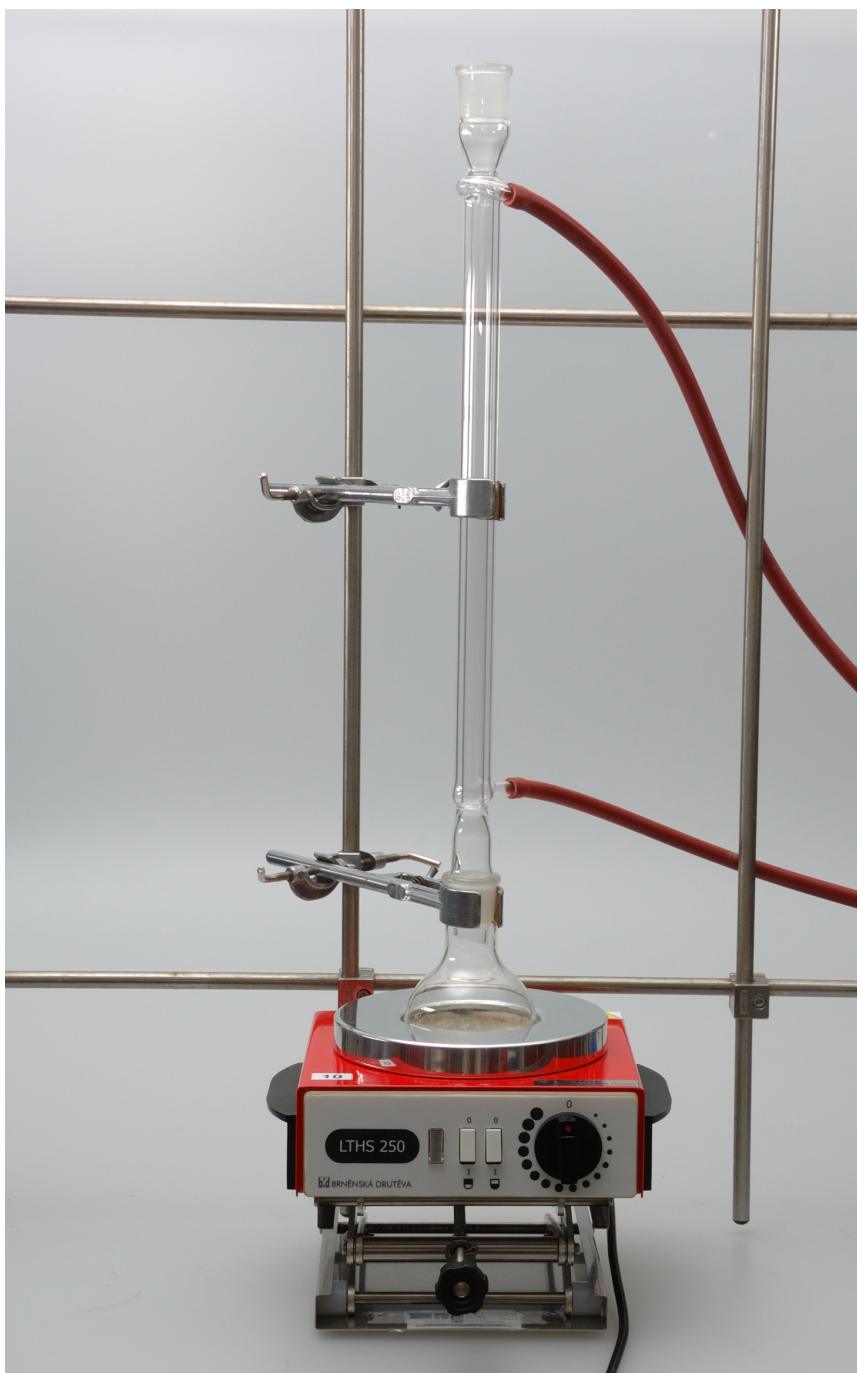
Obrázek 16: Aparatura pro přípravu cyklopenta-1,3-dienů.



Obrázek 17: Most pro připojení pěti aparatur ke zdroji plynného dusíku.



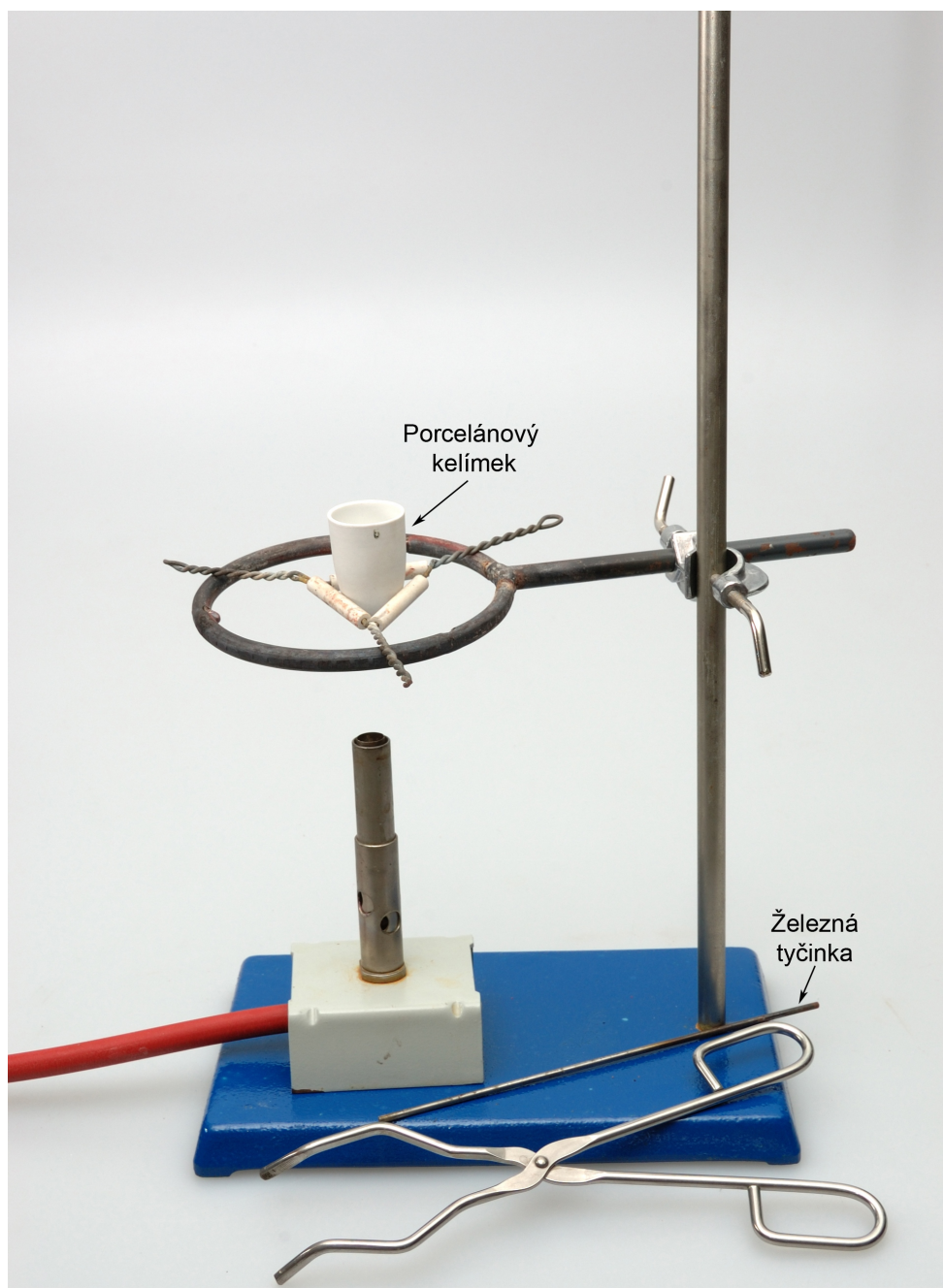
Obrázek 18: Aparatura pro přípravu ferrocenu.



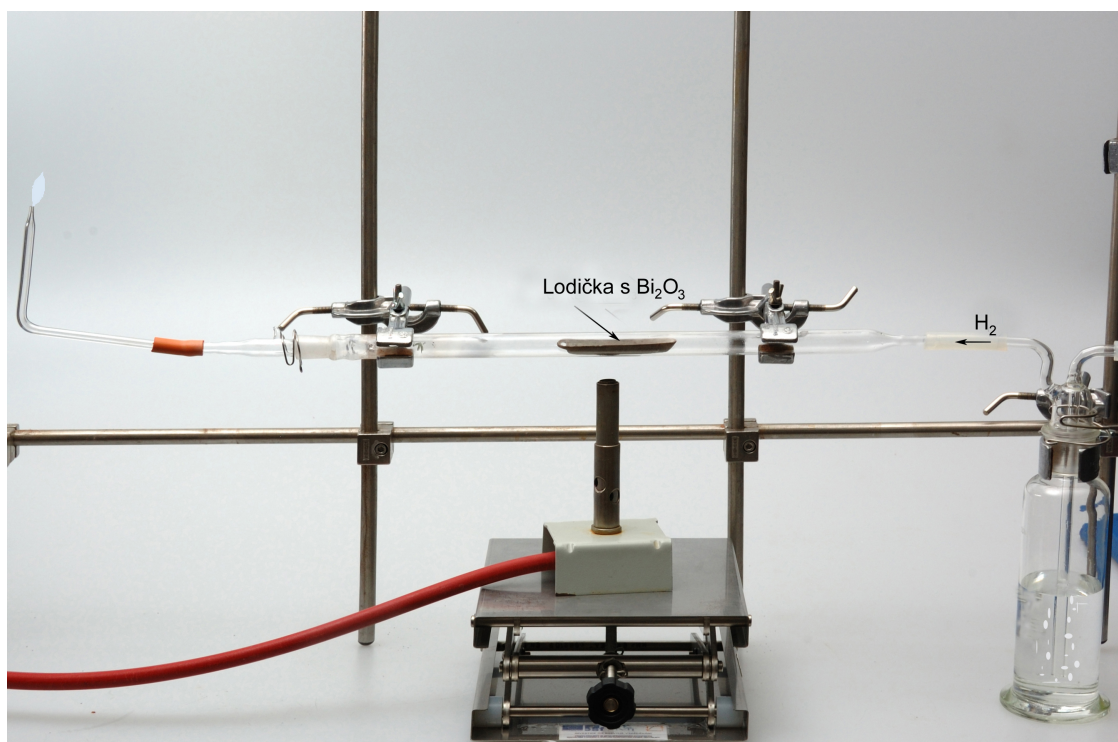
Obrázek 19: Aparatura pro rekrystalizaci ferrocenu.



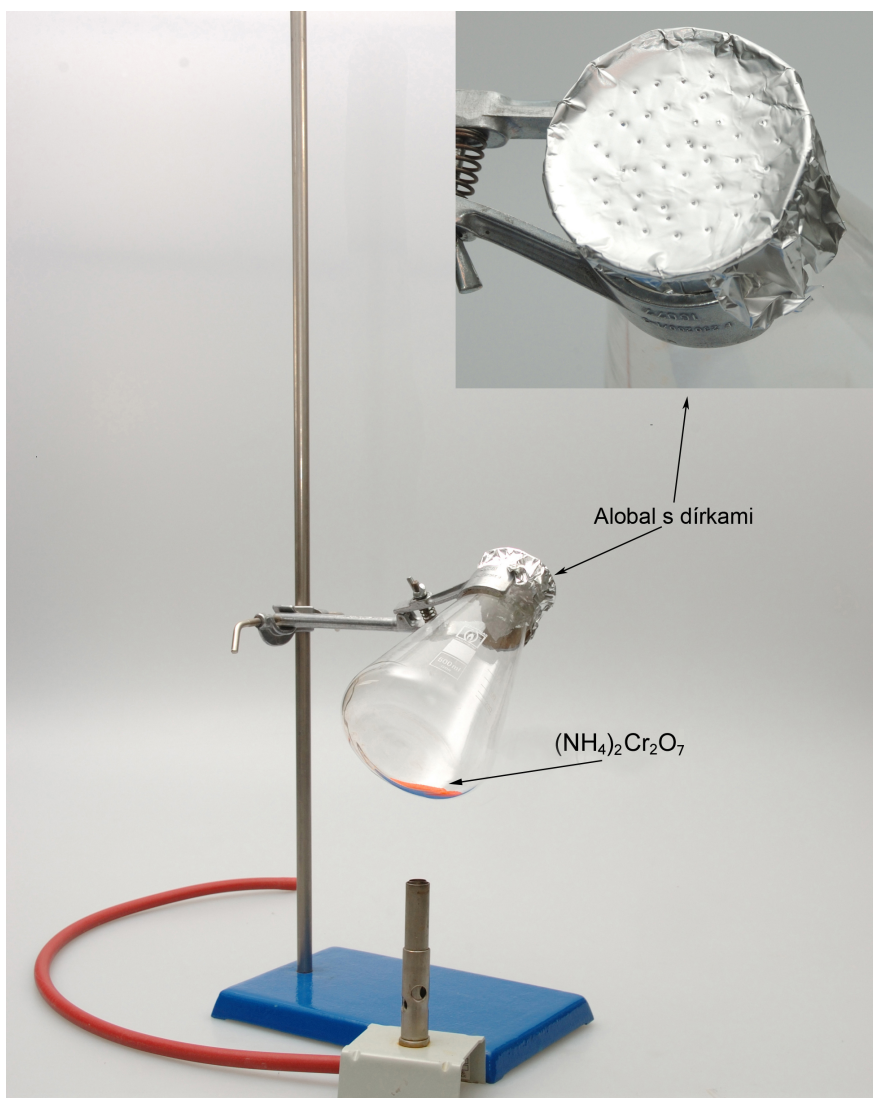
Obrázek 20: Aparatura pro sublimaci ferrocenu.



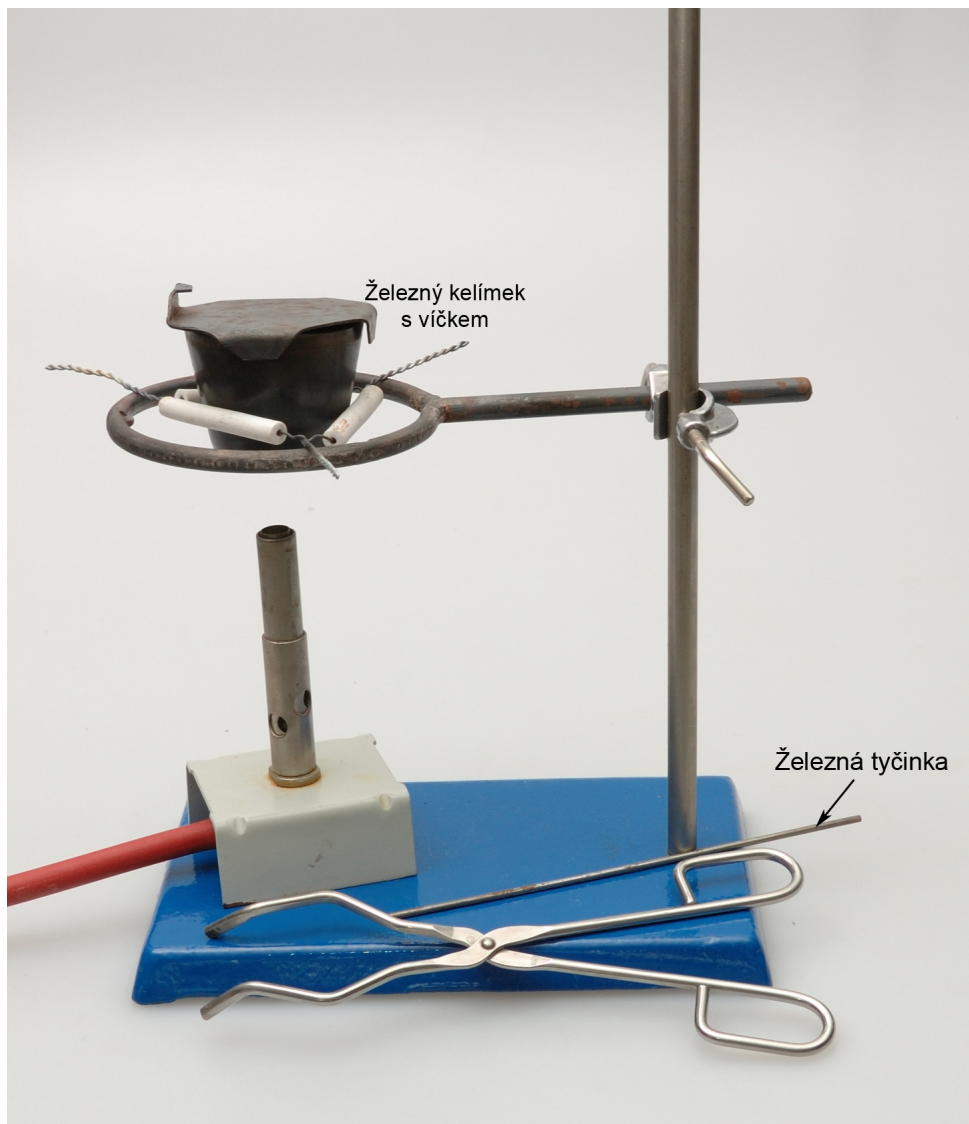
Obrázek 21: Příprava Bi_2O_3 termickým rozkladem zásaditého dusičnanu bismuti-tého.



Obrázek 22: Aparatura pro redukci Bi_2O_3 v proudu vodíku za zvýšené teploty.

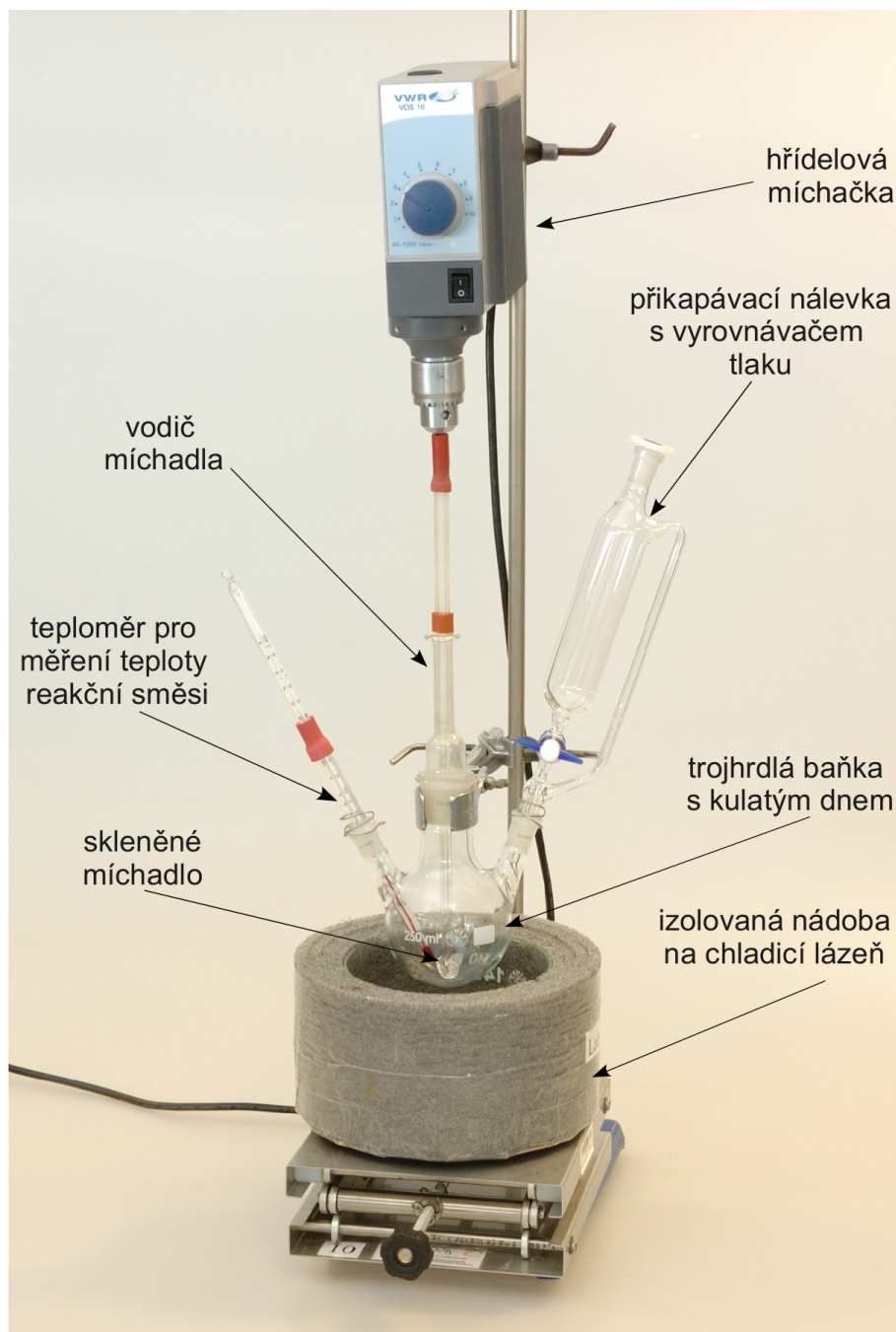


Obrázek 23: Termický rozklad dichromanu amonného.

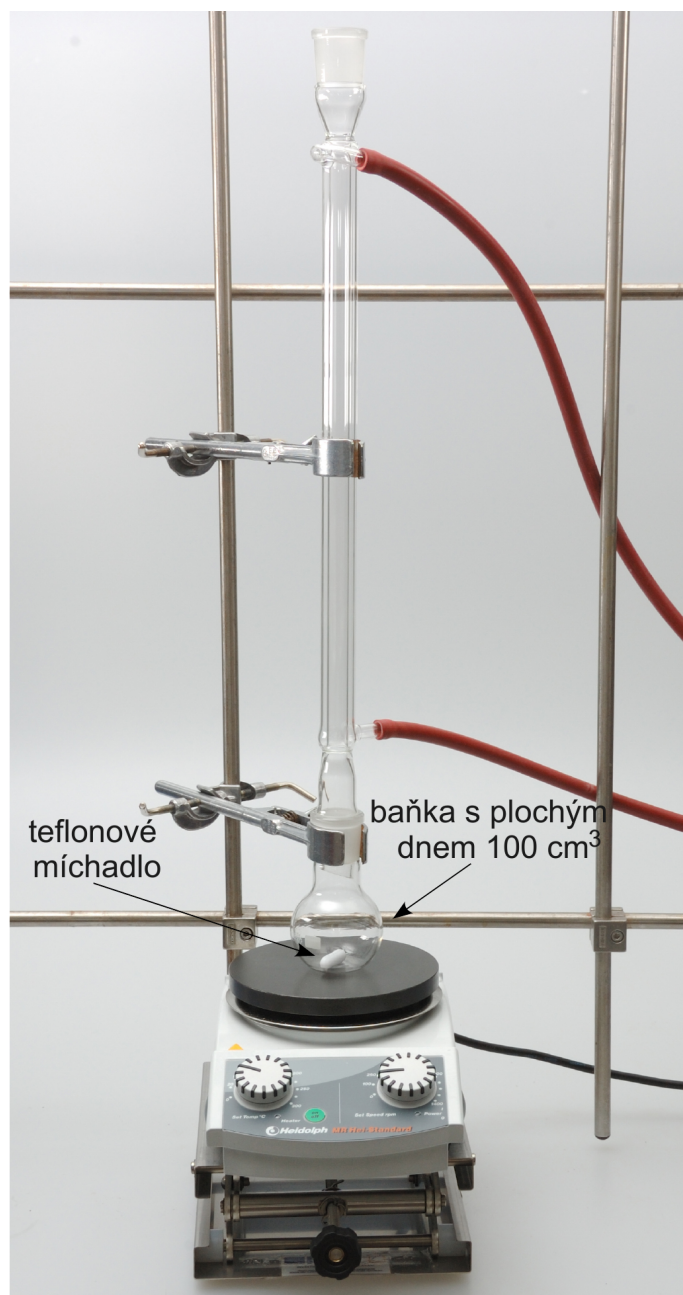


Obrázek 24: Příprava chromanu draselného žíháním směsi KOH + Cr₂O₃.

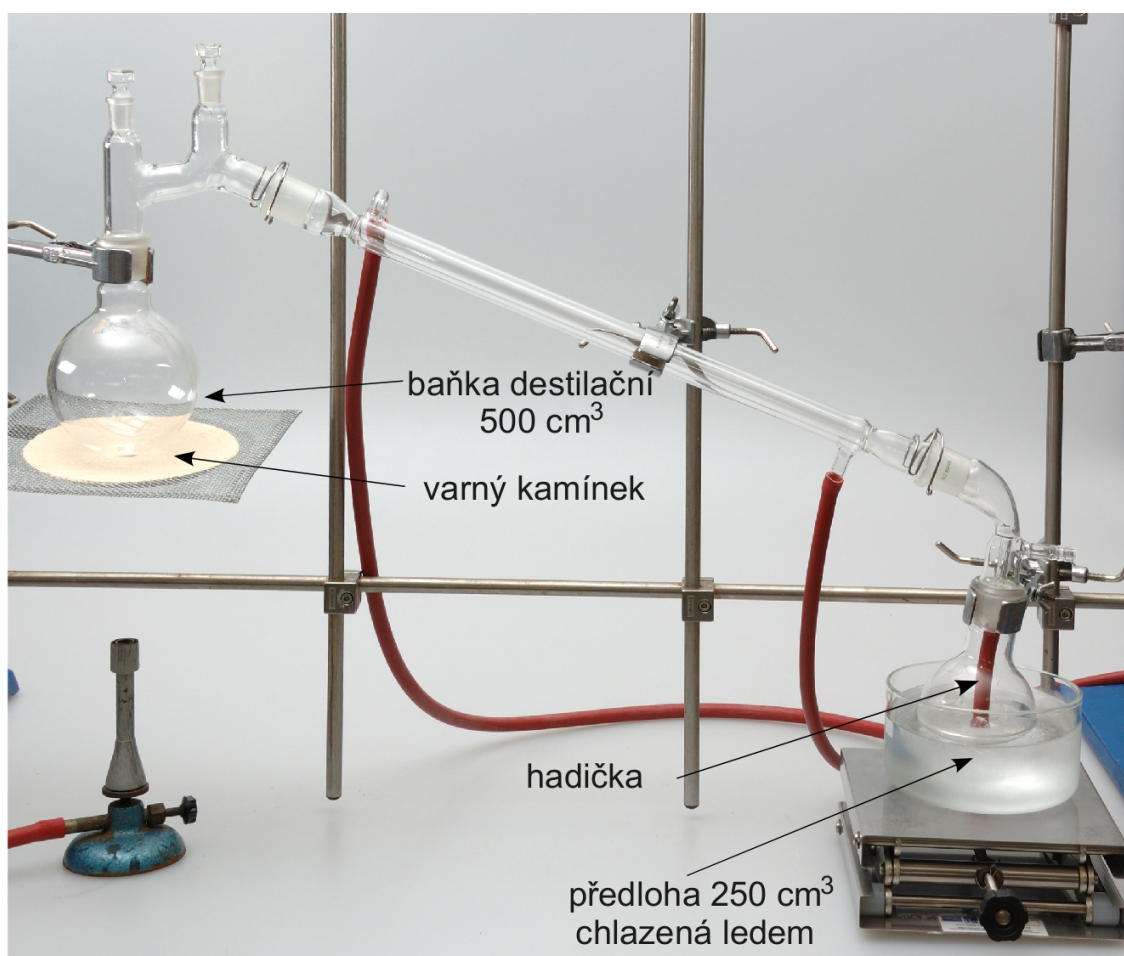
3. Proč se acetofenon nejprve přikape ke kyselině sírové a až potom se přidává nitrační směs?



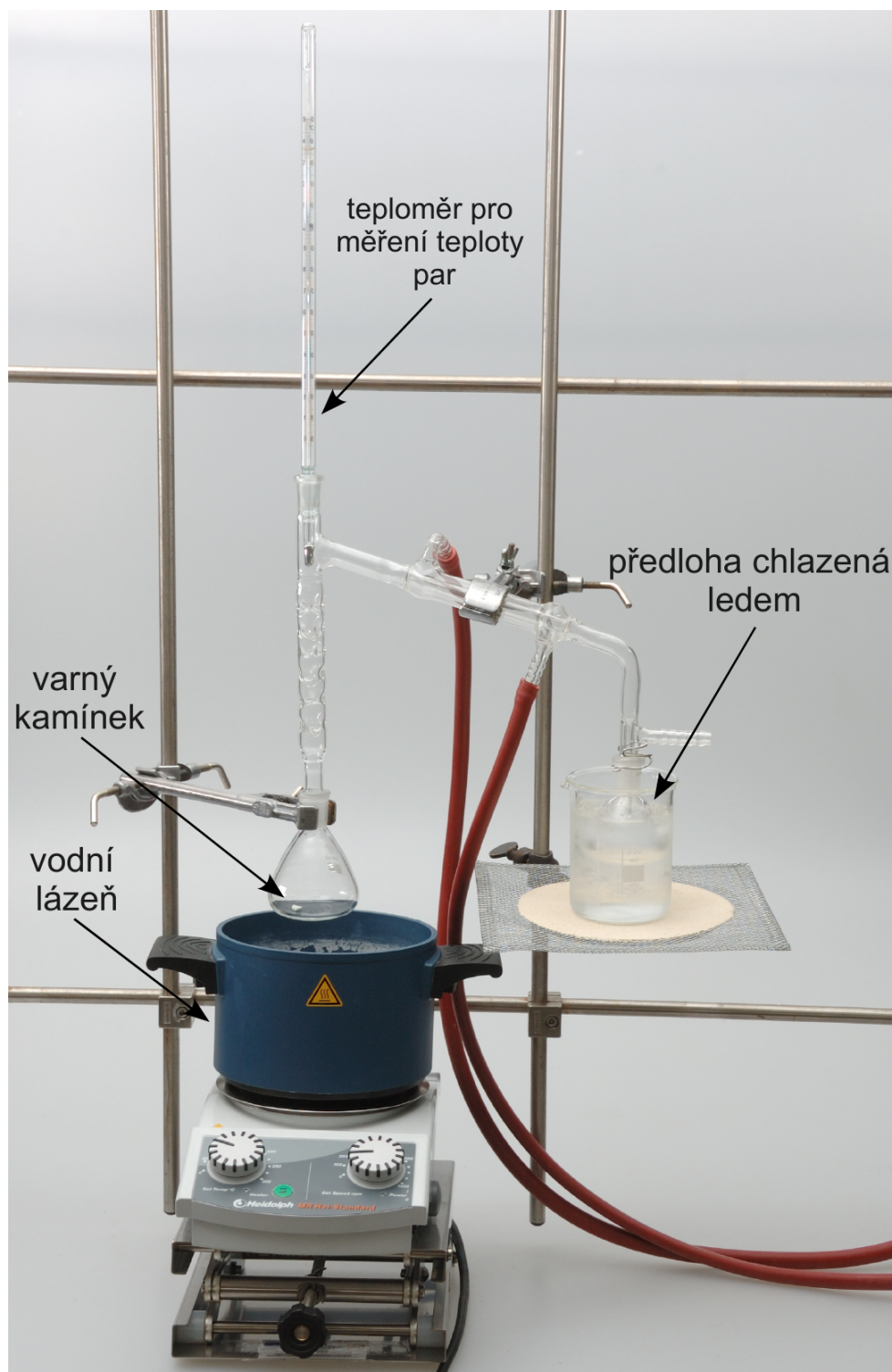
Obrázek 27: Aparatura pro nitraci acetofenonu.



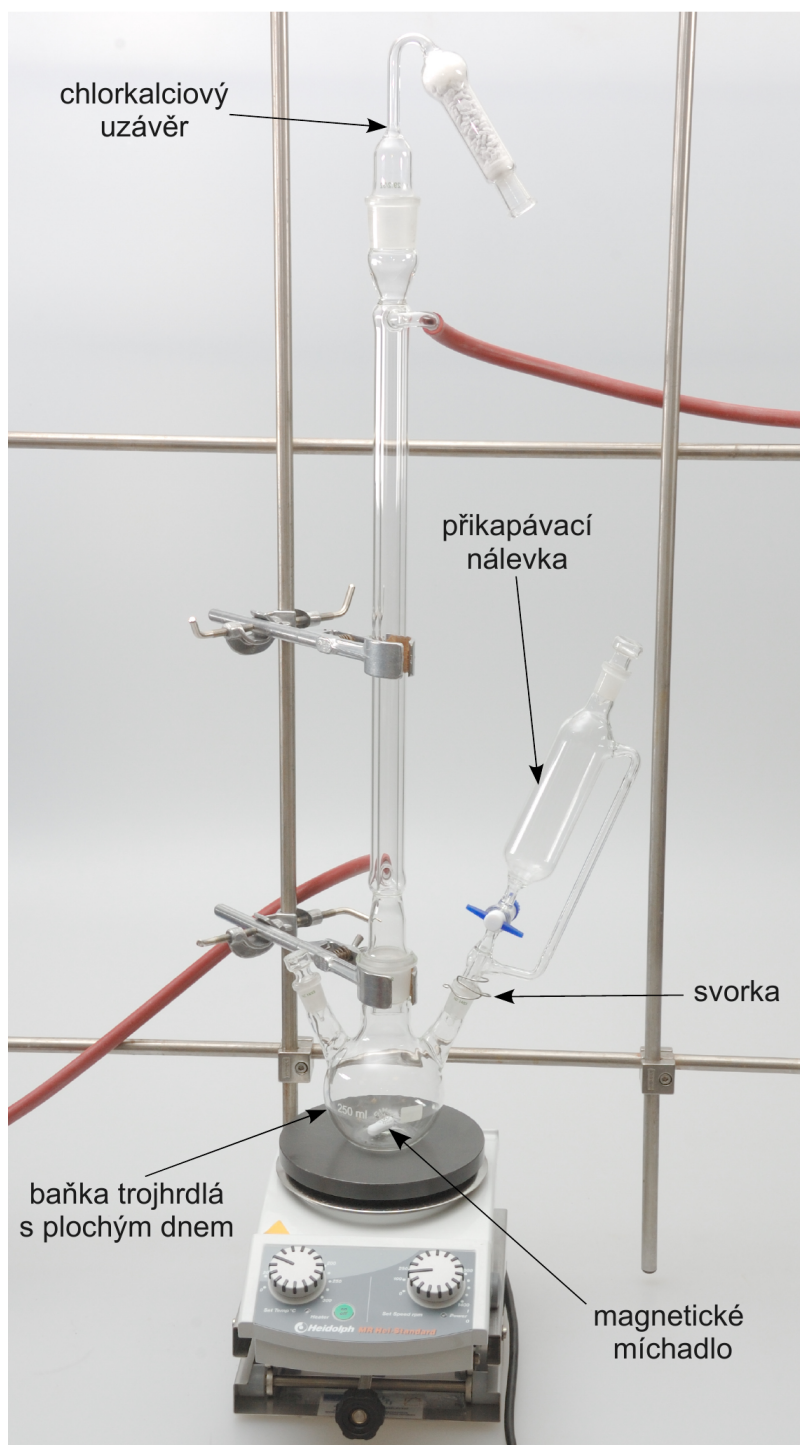
Obrázek 28: Aparatura pro redukci 3-nitroacetofenonu címem v kyselém prostředí.



Obrázek 29: Aparatura pro přípravu bromethanu.



Obrázek 30: Aparatura pro destilaci bromethanu.



Obrázek 31: Aparatura pro přípravu Grignardova činidla.

6. V reakční směsi může vedle kyselě katalyzované tvorby acetalu probíhat také kyselě katalyzovaná transesterifikace výchozí látky ethylenglykolem za vzniku 2-hydroxyethyl-3-oxobutanoátu. Přesto je acetal hlavním reakčním produktem. Pokuste se tento fakt vysvětlit.



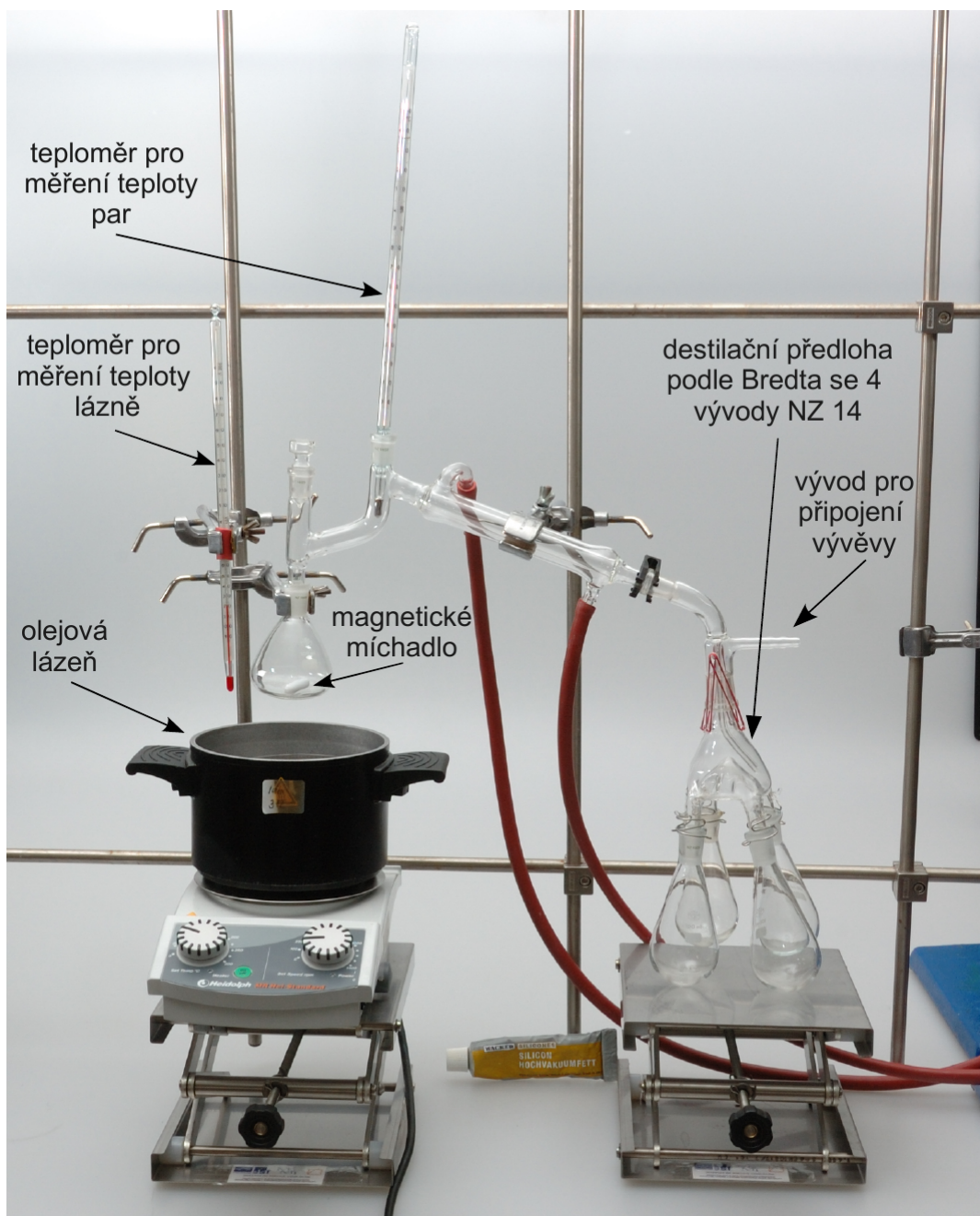
Obrázek 32: Aparatura pro azeotropní destilaci s rozpouštědly lehčími než voda.



Obrázek 33: Aparatura pro azeotropní destilaci s rozpouštědly lehčími než voda.

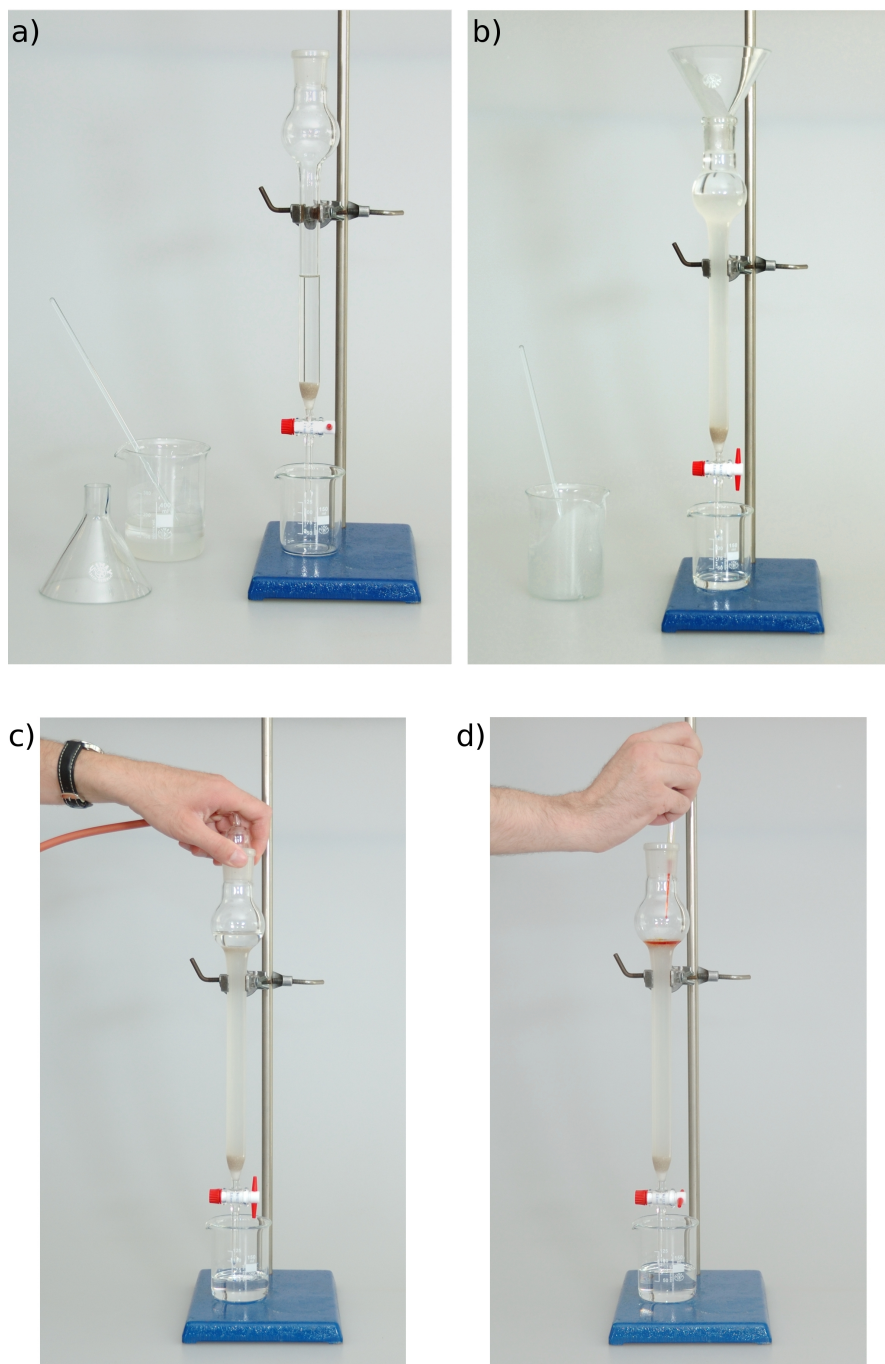


Obrázek 34: Rotační vakuová odparka.



Obrázek 35: Aparatura pro frakční destilaci za sníženého tlaku.

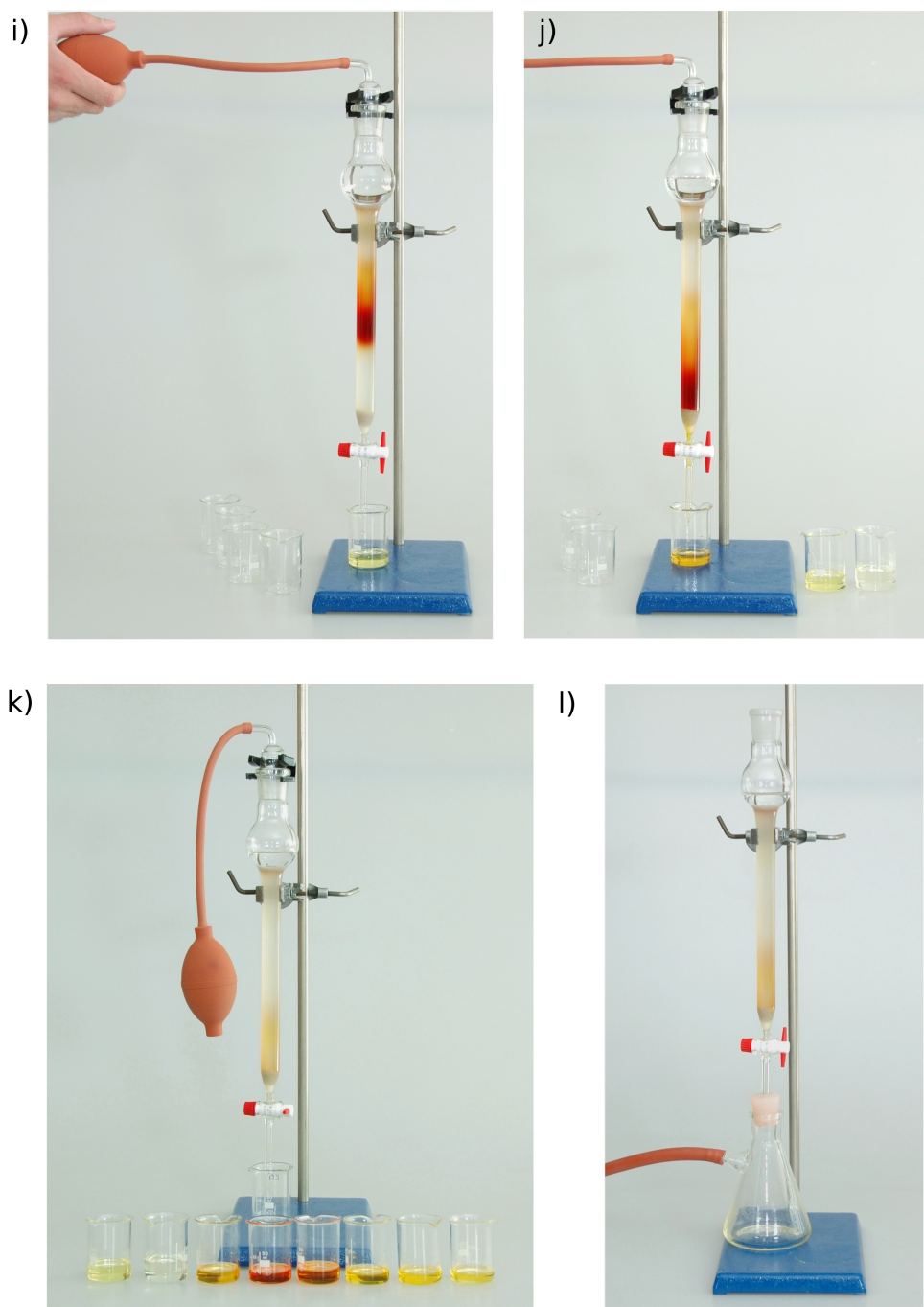
10. Všechny odpadní roztoky obsahující toluen stejně jako toluen odpařený na rotační vakuové odparce lijeme do označených odpadních lahví!



Obrázky 36a–d: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie.



Obrázky 36e–h: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie.



Obrázky 36i–l: Dělení azobarviv pomocí sloupcové chromatografie.