

C6190 Pokročilá anorganická chemie - praktikum

Prof. J. Pinkas

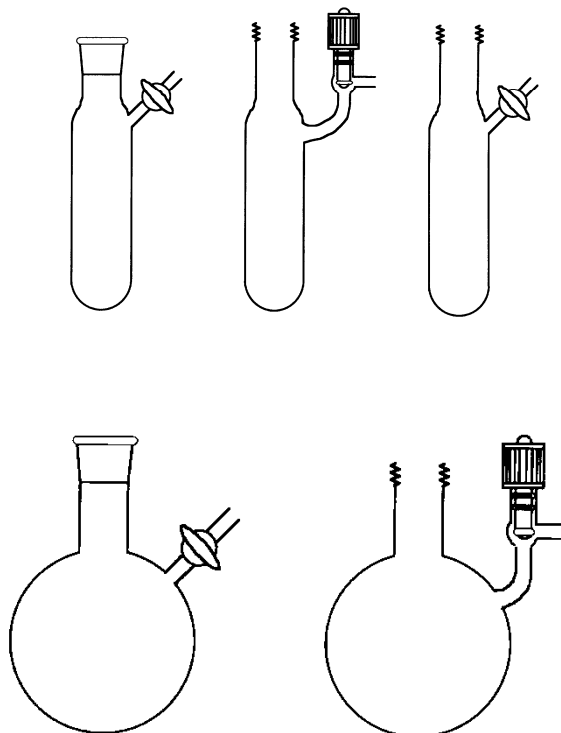
1. LABORATORNÍ TECHNIKA PRÁCE V INERTNÍ ATMOSFÉŘE

Převážná většina látek studovaných moderní anorganickou chemií je citlivá k hydrolyze vzdušnou vlhkostí (H_2O) nebo k oxidaci atmosférickým kyslíkem. Sloučenina, kterou v této práci připravujeme, meziproducty a použité reaktanty jsou látky citlivé na vlhkost. K jejich znehodnocení postačí již vlhkost přítomná ve vzduchu. Pro jeho přípravu tedy nelze použít klasické otevřené kádinky a baňky, ale musíme pracovat v suché inertní atmosféře. Jednou z možností, jak provádět naše operace a pokusy pod ochrannou atmosférou suchého inertního plynu (dusíku, argonu, helia), je použít metodu **Schlenkových baňek**.^{1,2,3} Jinou možností je pracovat v tzv. rukavicovém boxu naplněném suchým inertním plynem.

Princip metody Schlenkových baňek spočívá v udržování mírného přetlaku nebo proudu inertního suchého plynu nad citlivou látkou během všech operací (přelévání kapalin, přesypávání tuhých látek, směšování látek, zahřívání, filtrace, sušení, atd.). Tento mírný přetlak nebo volný proud suchého inertního plynu zabraňuje přístupu vzdušné vlhkosti a kyslíku ke studované látce. Naše pokusy jsme prováděli pod atmosférou suchého dusíku.

Jako reakčních nádob se užívá tzv. Schlenkových baňek (Schlenkovek). Schlenkovky mohou mít různý tvar i objem (viz obr. 1). V hrdle mají buď skleněný zábrus, nebo závit, který se uzavírá zátkou. U Schlenkovek se skleněným zábrusem se zátka zajišťuje speciální kovovou tlačkou. Nejdůležitějším prvkem každé Schlenkovky je kohout přes který lze baňku napojit na zdroj suchého inertního plynu a vakua. Kohout může být klasický skleněný, nebo se používá teflonový ventil. Otevřením tohoto kohoutu je možno Schlenkovku evakuovat nebo ji napustit dusíkem. Než se se Schlenkovkou předem vysušenou v sušárně ($\sim 110\text{ }^\circ\text{C}$) začne pracovat, je nutné ji ještě dosušit.

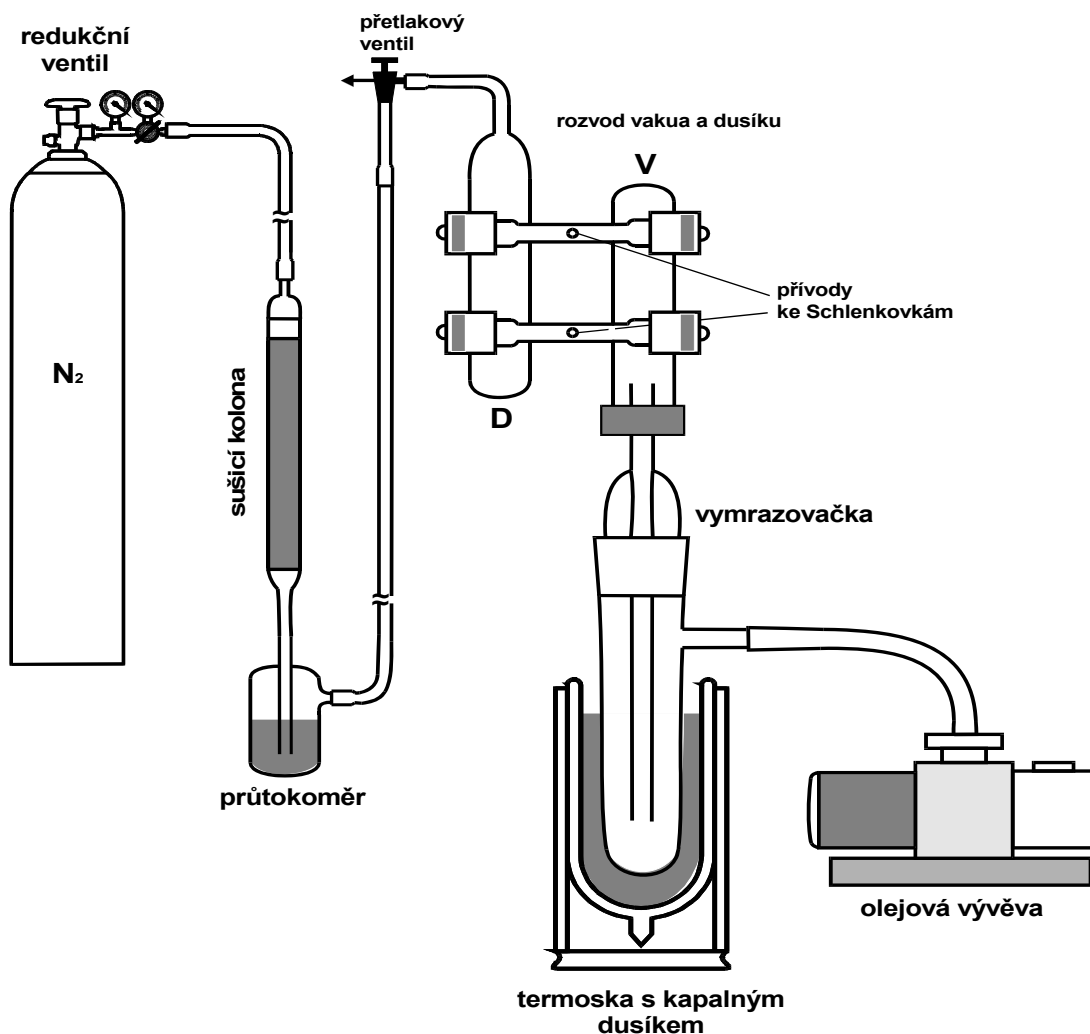
Obr. 1. Schlenkovy baňky



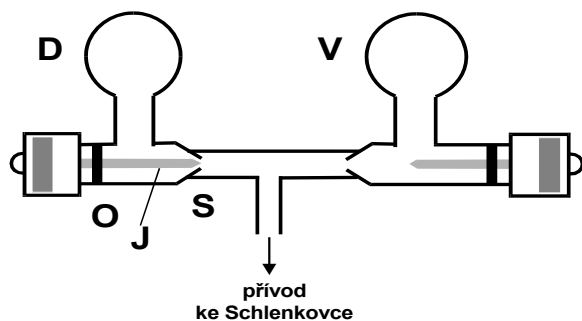
2. POPIS SOUČÁSTÍ VAKUOVÉ LINKY

Pro přívod dusíku a vakua k jednotlivým Schlenkovkám slouží zařízení, které se nazývá vakuová linka. Sestává ze tří hlavních částí: zdroje dusíku, zdroje vakua a rozvodného zařízení. (obr. 2)

Schéma zařízení pro práci v inertní atmosféře



Pohled shora na rozvod vakua a dusíku



Kolona pro čištění dusíku

Dusík z tlakové lahve může být znečištěn malými množstvími některých plynů a vodní parou. Než jej vpustíme do reakčních nádob, je nutné z něj odstranit ty plyny, které by mohly reagovat s našimi látkami. V našem případě se jedná pouze o vodní páru. Ta se odstraňuje na sušící koloně. Kolonu tvoří svislá trubice, na obou koncích opatřená ventily, naplněná molekulovým sítem, které pohlcuje vodu. Regenerace molekulového síta se provádí zahříváním ve vakuu. Za vyšší teploty (300 °C) se z dutin molekulového síta vypudí molekuly vody a vzniklá vodní pára se pomocí vývěvy odsaje.

Průtokoměr

Je to zařízení, které je napojeno na hadici vedoucí z čistící kolony. Je to válcovitá nádobka naplněná silikonovým olejem. Dusík probublává olejem a podle množství bublin si můžeme udělat přibližnou představu o množství dusíku, které prochází vakuovou linkou a podle toho toto množství upravit.

Pojistný přetlakový ventil

Přebytečný dusík se z vakuového rozvodu odvádí přes pojistný zpětný ventil.

Rozvod vakua a dusíku

Je to systém pro rozvod vakua a dusíku do jednotlivých hadic. Tvoří jej dvě vodorovné skleněné trubice. Na jednu z nich je napojen zdroj dusíku, na druhou, je napojen zdroj vakua. Vakuová a dusíková trubice jsou propojeny několika (minimálně dvěma) trojcestnými kohouty, pomocí nichž se přivádí dusík do aparatur. Dále je na dusíkovou trubici napojen kohout ústící k pojistnému zpětnému ventilu a dále k odtahu digestoře. Pomocí trojcestných ventilů se propojuje vakuu do aparatur napojených na vakuový rozvod. Za kohouty vedoucími z trubice s dusíkem a s vakuem se každá dvojice trubic spojuje v jednu, na níž je hadice, která se napojuje na vývody Schlenkovek.

Vymrazovačka

Z důvodu ochrany vývěvy před korozivními plyny a parami je mezi vývod vakuové linky a vývěvu zapojena vymrazovačka. Je to skleněná nádoba válcovitého tvaru do níž v horní části ústí vývod z vakuové linky. Odtah k vývěvě je tvořen skleněnou trubicí, která má ústí několik cm nad dnem nádoby. Celá vymrazovačka je ponořena v termosce s kapalným dusíkem a zachycují se v ní veškeré kondenzovatelné plyny a páry kapalin.

Rotační olejová vývěva

Jako zdroj vakua se používá rotační olejová vývěva. Ta má stator s válcovou komorou, uvnitř které se otáčí válcový rotor. Rotor se v horní části dotýká statoru a jeho rotační osa je umístěna mimo osu komory vývěvy. Rotor má zasouvateľné lopatky, které jsou pružinami přitlačovány k vnitřním stěnám komory. Při otáčení rotoru ve směru šipky vstupuje plyn do vývěvy vstupním otvorem, výstupním otvorem je plyn z vývěvy vytlačován. V pracovní komoře je malé množství oleje, které zmenšuje tření a zlepšuje utěsnění mezi rotorem a statorem. Výfukový ventil statoru je převrstven olejem z důvodu těsnění.

3. POPIS PRÁCE – POSTUP OPERACÍ

Vysoušení Schlenkovky:

Schlenkovku uzavřeme zátkou a na vývod od kohoutu Schlenkovky napojíme hadici vedoucí k trojcestnému kohoutu se zdrojem vakua a dusíku. Schlenkovku evakuujeme. Potom ji naplníme dusíkem. Znovu evakuujeme. Evakuaci provádíme cca 3-5 min. To provedeme nejméně třikrát. Po té je Schlenkovka již dostatečně vysušena.

Plnění Schlenkovky kapalinou:

Existuje několik způsobů jak přenést kapalinu z obchodního balení do Schlenkovky:

1. Nejprve si vysušíme injekční stříkačku - plastovou nebo skleněnou se speciální jehlou. Jehla má na rozdíl od klasických lékařských jehel zakončení ve tvaru obloučku, což umožňuje proniknutí pryžovými zátkami, aniž by se část této zátky vyřízla a znečistila tak látky ve Schlenkovce popřípadě ucplala jehlu. V praxi se používají i jehly klasické. Sušení stříkaček se provádí tak, že do již dokonale suché Schlenkovky pustíme proud dusíku (před tím musíme vysušit i část skleněné trubice za kohoutem i celou hadici vedoucí k trojcestnému kohoutu). Ze Schlenkovky odstraníme skleněnou zátku a na hrdlo navlečeme pryžovou zátku – septum.
2. Septum pomocí jehly propíchneme a do injekční stříkačky natáhneme ze Schlenkovky dusík. Jehlu vytáhneme a obsah stříkačky vypustíme mimo Schlenkovku. To provedeme nejméně třikrát. Poté je již jehla se stříkačkou suchá.

Kapaliny citlivé na vlhkost (popřípadě atmosférický kyslík) se dodávají v lahvích, jejichž hrdlo je kryto kromě šroubovacího uzávěru ještě pryžovou membránou. Při odebrání kapaliny z takové nádoby nejdříve propíchneme membránu jehlou, na níž je napojena hadice s dusíkem. V nádobě se vytvoří přetlak. Potom vedle této jehly zapíchneme do membrány jehlu s injekční stříkačkou a jehlu ponoříme pod hladinu kapaliny. Odebereme do stříkačky potřebný objem a jehlu vytáhneme.

Do Schlenkovky, kterou jsme používali při vysoušení injekční stříkačky, stále proudí dusík. Do septa, které je na této Schlenkovce navlečeno zapíchneme stříkačku s potřebnou kapalinou a kapalinu do ní vypustíme.

Pokud již máme kapalinu, kterou je potřeba přenést, ve Schlenkovce, vysušíme si nejprve trubici za kohoutem Schlenkovky. Po té pustíme do Schlenkovky proud dusíku a na její hrdlo nasadíme septum. Schlenkovku, do které chceme kapalinu přečerpát, připravíme obdobně, tj. pod proudem dusíku přetáhneme přes hrdlo septum. Do Schlenkovky, ze které hodláme kapalinu čerpat, zapíchneme dlouhou (předem vysušenou) ocelovou nebo teflonovou kapiláru tak aby nezasahovala do kapaliny. Opačný konec dlouhé jehly, do níž proudí dusík, zapíchneme do druhé Schlenkovky. Následovně ponoříme konec dlouhé jehly pod hladinu přečerpávané kapaliny. Nyní uzavřeme přívod dusíku do jímací Schlenkovky a septum propíchneme krátkou injekční jehlou. Tím se vytvoří přetlak v první Schlenkovce, a kapalina začne proudit přes kapiláru do druhé Schlenkovky. Obdobný způsob volíme i při přečerpávání kapaliny z reagenční láhve. Pouze dusík do láhve pouštíme jehlou zapíchnutou do septa uzavírajícího hrdlo.

4. LITERATURA

1. GIROLAMI, G.S., T.B. RAUCHFUSS a R.J. ANGELICI. *Synthesis and technique in inorganic chemistry :a laboratory manual*. 3rd ed. Sausalito, Calif.: University Science Books, 1998. xiii, 272. ISBN 0-935702-48-2.
2. SHRIVER, D.F. *The manipulation of air-sensitive compounds*. New York: McGraw-Hill Book Company, 1969. xiii, 299.
3. Woolins J. D. (Ed.): *Inorganic experiments*, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim 1994, ISBN 3-527-29253-5