

OBSAH

I.	LABORATORNÍ MATERIÁL (VYBRANÉ DRUHY)	12
1.	Materiály na bázi oxidu křemičitého	12
1.1.	Křemičitý písek (praný mořský)	12
1.2.	Křemenné sklo	12
1.3.	Laboratorní sklo	12
1.3.1.	Druhy skel	12
1.3.2.	Zásady úspěšné práce se sklem	12
1.3.3.	Povrchová úprava skla	13
1.3.4.	Zábrysy a práce s nimi	13
1.3.5.	Kuličky a balotina	14
1.3.6.	Skelná vata	14
1.4.	Slinuté keramické hmoty	15
1.4.1.	Porcelán	15
1.4.2.	Pórovina	15
1.4.3.	Asbest	15
2.	Materiály z kovů	15
2.1.	Hliníkové fólie	15
2.2.	Fixační objímky (hadicové spony)	16
2.3.	Celokovové injekční jehly	16
3.	Pryž a plastické hmoty	16
3.1.	Pryž	16
3.2.	Plastické hmoty	16
3.3.	Hadice	18
3.4.	Septa	19
3.5.	Šroubové spoje	19
3.6.	Šroubová septa	20
3.7.	Elektromagnetická míchadla	21
4.	Papír	22
4.1.	Klasický papír	22
4.2.	Celofán	22
5.	Ostatní materiály	23
5.1.	Mazadla, těsnidla	23
5.2.	Čisticí lázně	24
5.3.	Podkladové kruhy pro baňky, stojánky na mikrozkušavky	24
5.4.	Obaly (nádoby na vzorky a adjustaci preparátů,	25
5.4.1.	Uchovávání pevných látek	25
5.4.2.	Uchovávání viskózních extraktů	26
5.4.3.	Uchovávání kapalin	26
6.	Laboratorní aparatury	27
6.1.	Aparatury pro práci v makroměřítku	27
6.2.	Práce v běžném laboratorním měřítku	27
6.3.	Zařízení pro semimikro- a mikropreparace	28
6.4.	Aparatury pro speciální účely	30
6.4.1.	Kugelrohr	30
6.4.2.	Generátory diazometanu	30
6.4.3.	Zařízení pro práci v inertní atmosféře a suchém prostředí	31
6.4.3.1.	Schlenkovy nádoby	31
6.4.3.2.	Zábrysové stavebnice se šroubovými septy a šroubovými spoji	32
	Literatura	34
II.	ROZDROBŇOVÁNÍ, SÍTOVÁNÍ A ODBĚR VZORKŮ	35

1.	Rozdrobňování	35
1.1.	Desintegrace suchého materiálu	35
1.2.	Desintegrace čerstvého rostlinného materiálu	35
2.	Sitování	35
3.	Odběr vzorků	36
3.1.	Suchý materiál	36
3.2.	Čerstvé rostlinné části	37
3.3.	Extrakty	37
	Literatura	37
III.	SEPARAČNÍ METODY	38
1.	Extrakce	38
1.1.	Extrakce tuhé látky kapalinou	38
1.1.1.	Diskontinuální extrakce	38
1.1.1.1.	Macerace	38
1.1.1.2.	Digesce	38
1.1.2.	Kontinuální extrakce	39
1.1.2.1.	Perkolace	39
1.1.2.2.	Soxhletův extraktor	39
1.1.2.3.	Speciálně prováděné extrakce	40
1.1.2.3.1.	Extrakce v inertním prostředí	40
1.1.2.3.2.	Extrakce superkritickými kapalinami	40
1.2.	Extrakce kapaliny kapalinou	41
1.2.1.	Vytřepávání	42
1.2.2.	Perforace	43
	Literatura	44
2.	Dekantace a filtrace	45
2.1.	Faktory ovlivňující filtraci	45
2.2.	Předběžná úprava kapalin	45
2.2.1.	Filtrační hmoty	46
2.2.1.1.	Filtrační hmoty neorganizované	46
2.2.1.2.	Filtrační hmoty organizované	46
2.2.1.2.1.	Membránové ultrafiltry	46
2.2.1.2.2.	Papírové filtry	48
2.2.2.	Filtrace vlastní vahou kapaliny	48
2.2.2.1.	Filtrační zařízení	48
2.2.2.2.	Filtrace za normální teploty	49
2.2.2.3.	Filtrace za horka	49
2.2.2.4.	Filtrace za snížené teploty	49
2.2.3.	Filtrace za sníženého tlaku (odsávání)	49
2.2.3.1.	Filtrační zařízení a provedení filtrace	50
2.2.3.1.1.	Filtrační tubusy a podobná zařízení pro práci v mikroměřítku	50
2.2.3.1.2.	Büchnerovy a Hirschovy nálevky	50
2.2.3.1.3.	Filtrační nástavce s fritou	51
2.2.3.1.4.	Ostatní zařízení	53
2.2.3.2.	Odsávání za snížené teploty	54
2.2.4.	Inverzní filtrace	55
2.2.5.	Tlaková filtrace	55
2.2.6.	Filtrace v inertní a suché atmosféře	55
	Literatura	56
3.	Odpařování a destilace	57
3.1.	Definice a rozdílnost postupů	57
3.2.	Základní zařízení	57

3.2.1.	Destilační aparatury	57
3.2.1.1.	Destilační baňky	57
3.2.1.2.	Destilační kapiláry	57
3.2.1.3.	Varná těliska	57
3.2.1.4.	Chladiče	58
3.2.1.5.	Destilační kolena a nástavce	58
3.2.1.6.	Teploměr	58
3.2.1.7.	Alonže	59
3.3.	Topné lázně	59
3.3.1.	Jiné způsoby ohřevu	59
3.3.1.1.	Topná hnízda	59
3.3.1.2.	Přímotopné baňky	60
3.4.	Zdroje vakua	60
3.4.1.	Vodní vývěvy	60
3.4.2.	Membránové pumpy	60
3.4.3.	Olejoyé rotační vývěvy	61
3.4.4.	Těsnění	61
3.5.	Pomocná zařízení	61
3.5.1.	Absorbéry	61
3.6.	Odpařování (zahušťování)	61
3.6.1.	Odpařování za normálního tlaku	61
3.6.2.	Odpařování za sníženého tlaku	62
3.6.2.1.	Klasické aparatury	63
3.6.2.2.	Odparky	63
3.7.	Destilace	64
3.7.1.	Destilace za normálního tlaku	64
3.7.1.1.	Prostá destilace	64
3.7.1.2.	Frakční destilace na kolonách (rektifikace)	65
3.7.1.2.1.	Faktory ovlivňující výkonnost frakční destilace	65
3.7.1.2.2.	Součásti rektifikačního zařízení (zkráceně)	66
3.7.1.2.2.1.	Destilační baňky	66
3.7.1.2.2.2.	Hlava kolony	67
3.7.1.2.2.3.	Jímadla	67
3.7.1.2.2.4.	Destilační kolona	67
3.7.1.2.3.	Provádění frakční destilace na koloně	68
3.7.1.2.3.1.	Volba kolony a její tepelná izolace.	68
3.7.1.2.3.2.	Příprava vzorku k destilaci	69
3.7.1.2.3.3.	Vlastní průběh destilace	69
3.7.1.2.3.4.	Zakončení destilace a čištění kolony	70
3.7.1.3.	Rektifikace ve vakuu	70
3.7.1.4.	Destilace za sníženého tlaku	70
3.7.1.4.1.	Součásti zařízení destilačních aparatur pro práci ve vakuu	70
3.7.1.4.2.	Zařízení pro makroměřítko	71
3.7.1.4.3.	Zařízení pro semimikro- a mikropreparace	71
3.7.1.4.4.	Provádění destilace ve vakuu	73
3.7.1.5.	Speciální druhy destilace	73
3.7.1.5.1.	Azeotropní a extrakční destilace	73
3.7.1.5.1.1.	Azeotropní destilace	73
3.7.1.5.1.2.	Extrakční destilace	74
3.7.1.5.1.3.	Destilace s vodní parou	74
3.7.1.5.1.4.	Molekulární destilace	75
3.8.	Práce s malým množstvím kapalin	75

3.8.1.	Extrakce	76
3.8.2.	Sušení roztoků a filtrace	76
3.8.3.	Zahušťování roztoků kapalin	76
3.8.4.	Destilace	76
3.8.5.	Manipulační zařízení	76
3.8.6.	Dávkování kapalin a adjustace vzorků	77
3.9.	Lyofilizace a sublimace	78
3.9.1.	Lyofilizace (mrazová sublimace)	78
3.9.2.	Sublimace	79
3.9.2.1.	Sublimace za atmosférického tlaku	79
3.9.2.1.1.	Prostá sublimace	79
3.9.2.1.2.	Sublimace s použitím inertního plynu	80
3.9.2.2.	Vakuová sublimace	80
3.9.2.2.1.	Prostá vakuová sublimace	80
3.9.2.2.2.	Vakuová sublimace s použitím inertního plynu	81
	Literatura	81
4.	Chromatografie	83
4.1.	Obecné principy dělicích procesů	83
4.2.	Rozdělení chromatografických metod	83
4.3.	Chromatografické charakteristiky	84
4.3.1.	Distribuční konstanta	84
4.3.2.	Retardační faktor	84
4.3.3.	Vliv molekulární struktury	85
4.3.4.	Kapacitní faktor	85
4.3.5.	Mrtvý objem kolony	85
4.3.6.	Retenční objem	85
4.4.	Základní pracovní techniky	86
4.4.1.	Eluční chromatografie	86
4.4.2.	Frontální chromatografie	86
4.4.3.	Vytěšňovací chromatografie	86
4.5.	Podstata základních separačních procesů	87
4.5.1.	Adsorpční chromatografie	87
4.5.1.1.	Adsorbenty	88
4.5.1.2.	Mobilní fáze	88
4.5.1.3.	Použití adsorpční chromatografie	90
4.5.2.	Rozdělovací chromatografie	90
4.5.2.1.	Stacionární fáze	91
4.5.2.2.	Mobilní fáze	91
4.5.2.3.	Použití	91
4.5.3.	Iontově výměnná chromatografie	92
4.5.3.1.	Adsorbenty	92
4.5.3.1.1.	Základní pojmy	93
4.5.3.1.2.	Nežádoucí vedlejší reakce	93
4.5.3.1.3.	Výběr adsorbentů a práce s nimi	93
4.5.3.2.	Mobilní fáze	94
4.5.3.3.	Použití iontově-výměnné chromatografie	94
4.5.4.	Vylučovací kaplinová chromatografie	94
4.5.4.1.	Náplně kolon	94
4.5.4.2.	Mobilní fáze	95
4.5.4.3.	Použití	95
4.5.5.	Ostatní typy separačních metod	95
4.6.	Chromatografie podle uspořádání aparatury	95

4.6.1.	Kolonová (sloupcová) chromatografie	95
4.6.1.1.	Chromatografické kolony	95
4.6.1.1.1.	Plnění kolon adsorbentem	96
4.6.1.1.2.	Nanesení vzorku	96
4.6.1.1.3.	Volba množství a druhu pevné fáze (adsorbentu)	97
4.6.1.1.4.	Mobilní fáze	97
4.6.1.1.5.	Průběh chromatografického dělení a vyhodnocování výsledků	99
4.6.1.1.6.	Nežádoucí reakce na stacionární fázi	100
4.6.1.2.	Zvláštní druhy chromatografie z hlediska pracovní metodiky	100
4.6.1.2.1.	Gradientová eluce	100
4.6.1.2.2.	Flash chromatografie (na silikagelu)	100
4.6.1.2.2.1.	Volba soustavy	100
4.6.1.2.2.2.	Příprava vzorku	101
4.6.1.2.2.3.	Příprava kolony	101
4.6.1.2.2.4.	Bezpečnostní opatření	102
4.6.1.3.	Chromatografie na suchých sloupcích (DCC)	102
4.6.2.	Chromatografie v plošném uspořádání	102
4.6.2.1.	Tenkovrstvá chromatografie (Thin-Layer Chromatography, TLC)	102
4.6.2.1.1.	Stacionární fáze (adsorbenty)	103
4.6.2.1.1.1.	Nalévání vrstvy	103
4.6.2.1.1.2.	Sypané vrstvy	105
4.6.2.1.2.	Volba adsorbentu	105
4.6.2.1.3.	Volba elučního systému	106
4.6.2.1.4.	Nanášení látek na chromatogram	107
4.6.2.1.5.	Vyvíjení chromatogramů	109
4.6.2.1.6.	Sušení, detekce a separace látek z vrstev	109
4.6.2.1.7.	Dokumentace	111
4.6.2.2.	Speciální metody vyvíjení	111
4.6.2.2.1.	Opakované vyvíjení	111
4.6.2.2.2.	Postupné vyvíjení	111
4.6.2.3.	Tenkovrstvá chromatografie a přenos výsledků na suché sloupce	112
4.6.2.3.1.	Úprava podmínek pro sloupcovou chromatografii	112
4.6.2.2.	Papírová chromatografie (PC, Paper Chromatography)	112
4.7.	Adsorbenty	113
4.7.1.	Oxid křemičitý (silikagel)	113
4.7.1.1.	Třídění	113
4.7.1.2.	Čištění a regenerace	113
4.7.1.3.	Aktivace a deaktivace	113
4.7.1.4.	Impregnace některými látkami	114
4.7.1.5.	Chromatografické dělení směsí	115
4.7.2.	Oxid hlinitý (alumina)	115
4.7.2.1.	Třídění	115
4.7.2.2.	Čištění a příprava modifikovaných forem	115
4.7.2.3.	Aktivace a deaktivace	116
4.7.2.4.	Impregnace a přísady	116
4.7.3.	Křemičitan hořečnatý (florisil, magnesol)	116
4.7.4.	Oxid hořečnatý	116
4.7.5.	Polyamidy	116
4.7.6.	Poly-N-vinylpyrrolidon	118
4.7.7.	Aktivní uhlí	118
4.7.8.	Celulóza	118
4.7.9.	Křemelina	118

4.7.10.	Sephadexy	119
4.7.11.	Polystyrenové adsorbenty	119
4.7.12.	Směsi adsorbentů pro tenkovrstvou chromatografii	120
4.8.	Rozpouštědla	120
4.8.1.	Alifatické a alicyklické uhlovodíky	121
4.8.2.	Aromatické uhlovodíky	121
4.8.3.	Halogenderiváty uhlovodíků	121
4.8.4.	Alifatické a alicyklické ethery	122
4.8.5.	Ketony	124
4.8.6.	Estery	124
4.8.7.	Alkoholy	125
4.8.8.	Kyseliny	126
4.8.9.	Báze	126
4.8.10.	Dusíkaté látky nebazické povahy	126
4.8.11.	Sírné sloučeniny	126
4.9.	Detekční činidla (pro tenkovrstvou a papírovou chromatografii)	126
	Literatura	128
5.	Krystalizace	130
5.1.	Volba rozpouštědla	130
5.1.1.	Zkoušky rozpustnosti	130
5.1.2.	Reaktivita rozpouštědel	131
5.2.	Příprava roztoku ke krystalizaci	131
5.3.	Odstranění mechanických a snížení koncentrace chemických nečistot	131
5.4.	Vlastní krystalizace	132
5.4.1.	Vyloučení krystalů ochlazením roztoku	132
5.4.2.	Vyloučení krystalů zahuštěním	132
5.4.3.	Zpracování obtížně krystalujících látek	133
5.5.	Izolace krystalů	133
5.6.	Přehled základních postupů	134
	Literatura	134
6.	Sušení	135
6.1.	Sušidla	135
6.1.1.	Látky tvořící hydráty	135
6.1.2.	Látky odstraňující vlhkost chemickou reakcí	135
6.1.3.	Látky poutající vodu adsorpcí	136
6.1.4.	Sušení kapalin a roztoků	136
6.2.	Sušení plynů	137
6.2.1.	Vymrazování	137
6.2.2.	Použití sušících činidel	137
6.3.	Sušení kapalin	137
6.3.1.	Frakční destilace	137
6.3.2.	Azeotropická destilace	137
6.4.	Sušení pevných látek	138
6.4.1.	Odstraňování vlhkosti	138
6.4.2.	Odstraňování jiných kapalin	139
	Literatura	139
VI.	ZHODNOCENÍ IZOLOVANÝCH LÁTEK	140
1.	Určení struktury	140
1.1.	Základní fyzikální a fyzikálně-chemické metody	140
1.2.	Metody zkoumání v oblastech viditelného, ultrafialového a infračerveného záření	140
1.3.	Metody založené na optické otáčivosti	140

1.4.	Hmotnostní spektrometrie	140
1.5.	Magnetické rezonanční metody (^1H - a ^{13}C -NMR)	140
1.6.	Difrakce záření X, elektronů a neutronů	140
2.	Zjištění údajů o látce	140
3.	Technologické aspekty získávání látky	140
VII.	DODATEK	142