

OBSAH

1. ÚVOD	7
2. BEZPEČNOST PRÁCE V LABORATOŘI	9
2.1. Základní pravidla bezpečné práce	9
2.2. Anticipace možných rizik	10
2.3. Chování při požáru	11
2.4. Zásady první pomoci	12
3. VEDENÍ ZÁPISŮ O EXPERIMENTECH	13
3.1. Základní zásady	13
3.2. Základní struktura	13
3.3. Co by měl obsahovat zápis o experimentu	14
3.4. Co by měl obsahovat datový arch (nebo analytický sešit)	14
3.5. Vzor zápisu o experimentu	17
3.6. Vzor datového archu	20
4. VYBAVENÍ LABORATOŘE A LABORATORNÍHO STOLU	21
4.1. Prostory laboratoře	21
4.2. Společné vybavení laboratoře	21
4.3. Osobní vybavení	23
5. ZÁKLADY SKLOFOUKAČSKÉ TECHNIKY	36
6. PRÁCE ZA INERTNÍCH PODMÍNEK	44
6.1. Oddělení reakční směsi od vzdušné vlhkosti pomocí sušicího členu	44
6.2. Septová technika	44
6.3. Vakuové linky a Schlenkovy nádoby	49
6.4. Vakuové linky a technika „break seal“	51
7. ČIŠTĚNÍ A MANIPULACE S ČINIDLY	52
7.1. Klasifikace činidel pro manipulace	52
7.2. Čištění kapalných látek	54
7.3. Ukládání kapalných činidel	56
7.4. Manipulace s kapalnými činidly	58
7.5. Čištění pevných látek	62
7.6. Ukládání pevných látek	63
7.7. Manipulace s pevnými látkami	63
7.8. Čištění plyných látek	67
7.9. Ukládání plyných látek	69
7.10. Manipulace s plynými látkami	69
8. ČIŠTĚNÍ A SUŠENÍ ROZPOUŠTĚDEL	74
8.1. Čištění rozpouštědel	74
8.2. Sušicí činidla	75
8.3. Sušení rozpouštědel	77
8.4. Stálá destilační zařízení	79

9. VOLBA REAKČNÍCH PODMÍNEK, REAKTORU, DÁVKOVÁNÍ A MÍCHÁNÍ	82
10. MONITOROVÁNÍ A ZASTAVENÍ REAKCE	85
10.1. Monitorování reakce	85
10.2. Tenkovrstvá chromatografie (TLC)	85
10.3. Vysokotlaká kapalinová chromatografie (HPLC)	91
10.4. Plynová chromatografie (GC, GLC)	92
10.5. Ostatní analytické techniky pro monitorování reakce	92
10.6. Zastavení reakce	92
11. ZPRACOVÁNÍ REAKČNÍ SMĚSI, SEPARAČNÍ A ČISTICÍ TECHNIKY ..	94
11.1. Vodné zpracování	94
11.2. Reakční směsi s dipolárními aprotickými rozpouštědly	95
11.3. Bezvodé zpracování	96
11.4. Separace a čištění produktů	97
11.5. Krystalizace	98
11.6. Destilace	101
11.7. Sublimace	108
11.8. Sloupcová chromatografie	109
11.9. Preparativní tenkovrstvá chromatografie a Chromatotron	118
11.10. Preparativní vysokotlaká kapalinová chromatografie (HPLC)	119
11.11. Preparativní plynová chromatografie	120
12. MANIPULACE, REAKCE A ZPRACOVÁNÍ V MALÉM A VELKÉM MĚŘÍTKU	121
12.1. Práce v malém měřítku	121
12.2. Reakce v NMR kyvetě	124
12.3. Práce ve velkém měřítku	126
13. MANIPULACE, REAKCE A ZPRACOVÁNÍ ZA NÍZKÉ TEPLoty	128
13.1. Chladicí lázně	128
13.2. Kryostaty	130
13.3. Chlazení refluxem nízkovroucí látky	131
13.4. Rozpouštědla pro reakce za nízké teploty	131
13.5. Dávkování, monitorování a zastavení reakce za nízké teploty	132
13.6. Zpracování reakční směsi za nízké teploty	133
14. SPECIÁLNÍ REAKČNÍ TECHNIKY	136
14.1. Katalytická hydrogenace	136
14.2. Fotochemické reakce	138
14.3. Elektrochemické reakce	138
14.4. Ozonizace	139
14.5. Reakce v kapalném amoniaku	139
14.6. Příprava diazomethanu	140
14.7. Titrace organokovových činidel	141

15. IDENTIFIKACE PRODUKTŮ - ANALYTICKÉ TECHNIKY A

LITERATURA	144
15.1. NMR spektroskopie	144
15.2. Infračervená (IR) spektroskopie	146
15.3. Ultrafialová (UV) spektroskopie	146
15.4. Hmotnostní spektroskopie	147
15.5. Teplota tání a teplota varu	147
15.6. Optická rotace	148
15.7. Rentgenová strukturní spektroskopie	149
15.8. Elementární analýza	149
15.9. Literatura	150
16. EXPERIMENTY	156
16.1. Zhotovení jednoduché Schlenkovy baňky pro práci s organokovovým činidlem	157
16.2. Stanovení koncentrace neznámého organokovového činidla.....	159
16.3. Příprava kinetického enolátu neznámého ketonu	160
16.4. Příprava termodynamického enolátu neznámého ketonu	161
16.5. Příprava (2,4-dinitrofenyl)hydrazonu neznámého ketonu	162
16.6. Birchova redukce substituovaných benzenů	163
16.7. Oxidace neznámého alkoholu na aldehyd pyridiniumchlorchromatem	164
16.8. Příprava alkanu z neznámé karboxylové kyseliny Kolbeho syntézou	165
16.9. Fotochemická redukce ethyl-chlordifluoracetátu 2-propanolem	166
16.10. Příprava <i>terc</i> -butylcalix[8]arenu	167
16.11. Adice α -(trialkylsilyl)benzylolithia na neznámý aldehyd	168
16.12. Přeměna 1-fenyl-1-(trialkylsilyl)-2-alkanolu na 1-fenylalken za bazických podmínek	169
16.13. Přeměna 1-fenyl-1-(trialkylsilyl)-2-alkanolu na 1-fenylalken za kyselých podmínek	171
16.14. Katalytická redukce 2-hexin-1-olu na <i>cis</i> -2-hexen-1-ol vodíkem	173
16.15. Redukce 2-hexin-1-olu na <i>trans</i> -2-hexen-1-ol sodíkem v amoniaku	174
16.16. Enantioselektivní Diels-Alderova reakce s 5-(1-menthyl-oxy)-2(5H)-furanonem	175
16.17. Katalytická enantioselektivní epoxidace 2-hexen-1-olu	1764
16.18. Katalytická enantioselektivní redukce neznámého ketonu boranem	177
SEZNAM TABULEK	179
SEZNAM OBRÁZKŮ	180
SEZNAM ZKRATEK	183