

## VÝUKA CHEMIE

### VYUŽITÍ MIKROVLNNÉHO OHŘEVU V LABORATORNÍCH CVIČENÍCH STUDENTŮ A PRO DEMONSTRAČNÍ POKUSY

JANA ŠAULIOVÁ

Katedra chemie, Pedagogická fakulta, Univerzita J. E. Purkyně, České mládeže 8, 400 96 Ústí nad Labem  
e-mail: sauliova @pf.ujep.cz

Došlo dne 8. XI. 2001

**Klíčová slova:** mikrovlnné záření, laboratorní cvičení z organické chemie

#### Úvod

V letech 1980–90 byl zjištěn významný vliv mikrovlnného pole na rychlosť a selektivitu reakcií organických sloučenin. První práce, které popisují cílené využití mikrovlnného záření v organické syntéze, publikované v roce 1986 téměř současně dvěma nezávislými kolektivy (Gedye a spol.<sup>1</sup>, Giguere a spol.<sup>2</sup>) uváděly urychlení reakcí o 2–3 řády. Pokusy byly nejprve prováděny v běžných mikrovlnných troubách používaných v domácnosti; dnes už se v laboratořích většinou používají mikrovlnná zařízení od různých zahraničních firem, jako jsou Milestone (Itálie), CemCorp (USA), Prolabo (Francie) a Plasmatronika (Polsko). Výhodou těchto zařízení je především možnost plynulé regulace výkonu, vyšší homogenita pole, průběžná kontrola teploty, možnost míchání i připojení chladiče.

Od 80. let počet publikací týkajících se reakcí v mikrovlnném prostředí značně vzrostl. Bylo zjištěno, že k významnému zkrácení reakčních dob dochází např. u esterifikačních reakcí, Dielsovy-Aldrových cykloadicí, alkylačních, acylačních a aldolizačních reakcí. Přehled reakcí, u kterých se příznivě uplatnil vliv mikrovlnného prostředí, můžeme nalézt v referátu Tomy<sup>3</sup>, nebo v monografii *Microwave-Enhanced Chemistry*<sup>4</sup>, případně ve sborníku mezinárodní konference o mikrovlnné chemii, která se konala v roce 1998 v Praze<sup>5</sup>.

Mikrovlny mají i významné použití v praxi; kromě původního uplatnění v radarové technice a dnes běžného využití v domácnostech se používají k předehřevu plastů a pryže před zpracováním, k sušení různých materiálů, např. papíru, některých keramických a farmaceutických produktů, lze je použít i ke sterilizaci půdy nebo osiv. V laboratořích jsou využívány k rozkladům vzorků pro analýzu těžkých kovů atomovou absorpcní spektroskopii<sup>6–8</sup> a známé je i použití k rozkladu polychlorovaných bifenylů. Výhodné jsou také extrakce provedené v mikrovlnném prostředí, např. při přípravě vzorků k chromatografické nebo spektrální analýze<sup>9–11</sup>, které přinášejí značnou úsporu času ve srovnání s časově náročnou Soxhle-

tovou extrakcí. Zajímavé praktické využití nabízí i mikrovlnná sklařská pec, která je vynálezem pracovníků mikrovlnné laboratoře Ústavu chemických procesů AV ČR v Praze. Uplatnění v praxi nachází mikrovlnná chemie i v organické syntéze, např. při výrobě léčiv<sup>12</sup>. Na některých vybraných zahraničních univerzitách se dokonce začala mikrovlnná chemie vyučovat jako samostatný předmět.

#### Vliv mikrovlnného záření na chemické reakce

Zdrojem mikrovlnného záření v mikrovlnných reaktorech je generátor pracující obvykle při frekvenci 2450 MHz, kterou používají i mikrovlnné trouby v domácnostech. Podstatou účinku mikrovlnného záření spočívá v jeho interakci s polárními molekulami. Ty se snaží orientovat ve směru oscilujícího elektrického pole, a proto dochází k jejich rotaci ve směru pole. Osciluje-li pole rychle (při frekvenci 2450 MHz mění za sekundu svůj směr  $2,45 \cdot 10^9$  krát), nestačí molekuly tuto změnu směru elektrického pole sledovat, a důsledkem je i absorpcie energie záření. Výsledkem samotné rotace a absorpcie energie je zvýšení teploty<sup>3</sup>. Při rychlém ohřátí kapaliny je konvekce k povrchu kapaliny, kde dochází k odpařování, nedostatečná a nadbytek energie se projeví jako přehřátí<sup>4</sup>. Tento tzv. „superheating effect“ bývá u polárních rozpouštědel 10–20 °C nad teplotu varu, což je příčinou urychlení reakce. Vysoké urychlení (u některých reakcí až o několik rádů) však nelze vysvětlit pouze rychlejším ohřevem a přehřátím reakčního prostředí. Ukazuje se, že pokud je mikrovlnné záření absorbováno pouze rozpouštědem, je urychlení malé. K výraznému urychlení dochází, je-li záření absorbováno i substrátem nebo katalyzátorem<sup>13</sup>. Zvýšení teploty v reakční směsi není zřejmě rovnoměrné, výrazně k němu dochází v určitých centrech, tzv. horká místa (hot spots)<sup>14</sup>.

Podstatné vlastnosti, které ovlivňují interakci látky s mikrovlnným zářením, jsou diplový moment, tepelná kapacita, tepelná vodivost, fyzikální stav látky ovlivňující možnost rotace molekul a u kapalných látek i jejich výparné teplo. I když mechanismus urychlení reakcí nemí ještě zcela objasněn, lze podle dosavadních výsledků očekávat urychlení tehdy, když reagují polární látky a reakce se zúčastní vazby s vysokým diplovým momentem<sup>3</sup>. Vyšší urychlení se projevuje častěji u níževroucích rozpouštědel a v některých případech také záleží na objemu reakční směsi (urychlení bývá vyšší u menších objemů)<sup>4</sup>.

#### Výhody a nevýhody využití mikrovlnného ohřevu při výuce

Mikrovlnný ohřev se může velmi dobře uplatnit u vhodně zvolených reakcí v laboratorních cvičeních z organické chemie a biochemie. Některé reakce by mohly být využity i pro demonstrační pokusy v hodinách chemie na středních nebo základních školách, zvláště tam, kde není do učebny zaveden plyn. Při použití ve školách ocení učitelé a studenti především tyto výhody mikrovlnného ohřevu:

- významné zkrácení ohřívací periody,
- vyšší reakční rychlosť, vyšší výtěžky, vyšší selektivitu (stačí provádět pokusy v menším měřítku, což umožňuje úsporu chemikálií a současně zjednoduší řešení otázky likvidace odpadních látek),
- ohřev je rovnoměrný v celém objemu reakční směsi, a pokud se reakce provádějí ve vhodném vysokovroucím polárním rozpouštědle pod jeho teplotou varu, nevyžadují míchání,
- u rychlých reakcí prováděných v malém měřítku (reakční doby kolem 1 minuty) není nutné stavět aparaturu, stačí kádinka příkrytá Petriho miskou (ušetří se čas i nádobí),
- lze provádět několik důkazových reakcí najednou,
- z hlediska bezpečnosti práce jsou rizika menší než při použití otevřeného plamene.

Výrazným zkrácením reakční doby časově náročnějších reakcí odpadá pro studenty málo zajímavá, neaktivní doba kontroly probíhající reakce a není také problém méně úspěšnou preparaci zopakovat. Ušetřený čas lze věnovat dalším experimentům, stanovení vlastností produktů, zpracování výsledků, nebo se student může tvořivě zúčastnit menšího výzkumu pod dohledem pedagoga (např. lze sledovat vliv změny podmínek nebo množství reaktantů na průběh reakce, příkladem může být dehydratace cyklohexanolu uvedená v experimentální části). Takové vedení laboratorních cvičení na vysoké škole by bylo velmi užitečné a na střední škole by taková práce mohla být náplní chemického kroužku nebo tématem pro Soutěž středoškolské odborné činnosti.

Hlavní překážkou využití mikrovlnného ohřevu ve školách budou zřejmě pořizovací náklady na mikrovlnný reaktor. Pro řadu pokusů lze použít kuchyňskou mikrovlnou troubu o výkonu alespoň 800 W (bez speciálních úprav, vhodnější jsou dva výstupy magnetronu). Kuchyňské mikrovlnné trouby se dokonce i v současné době využívají při výzkumné práci v chemických laboratořích (příkladem mohou být publikace z r. 1999 (cit.<sup>15,16</sup>)), protože jejich cena je jen zlomkem ceny laboratorních mikrovlnných reaktorů. Významnou nevýhodou je omezená možnost regulace výkonu mikrovlnné trouby (běžná regulace u kuchyňské mikrovlnné trouby spočívá pouze ve vypínání a zapínání magnetronu). Do určité míry lze regulovat množství mikrovlnného záření vstupujícího do reakční směsi tím, že do mikrovlnné trouby umístíme spolu s reakční nádobou i kádinku s vhodně zvoleným množstvím vody (voda v kádince odvede část energie mikrovlnného záření).

Pro pokusy, které vyžadují míchání a připojení chladiče, je možné nechat mikrovlnnou troubu profesionálně upravit, náklady na úpravu jsou přibližně stejně jako její nákupní cena (cca 6000 Kč). Při krátkodobém ohřevu k varu je možné se obejít bez teploměru, jinak je třeba zakoupit speciální, např. infračervený teploměr.

Základní zásady bezpečné práce s mikrovlnnou troubou nebo reaktorem jsou uvedeny v každém návodu na jejich použití. Je nutné zdůraznit, že nelze používat žádné kovové nádoby (vhodné jsou skleněné, keramické nebo teflonové) ani jiné předměty, jejichž součástí je kov, např. rtuťový teploměr. Reakční nádoby nesmějí být zcela uzavřené a při použití běžné mikrovlnné trouby nelze pracovat s těkavými a současně agresivními nebo extrémně hořlavými látkami. Kádinky a baňky je třeba zakrýt Petriho miskou nebo hodinovým sklem. Mikrovlnná trouba po uplynutí nastaveného času sama vypne,

takže by nemělo dojít k přehřátí reakční směsi. Pro těkavější látky je vhodné použít větší baňky nebo kádinky a krátce zahřát k varu nebo použít výševroucí rozpouštědla a zahřívat pod teplotou varu. Studenti nesmějí zapomenout, že reakční nádoba je po ukončení reakce horká. Zařízení musí být profesionálně odzkoušené, aby nedocházelo k úniku mikrovlnného záření.

U navržených pokusů, které běžně trvají cca 1 minutu nebo maximálně několik minut, by prakticky nemělo dojít k rizikovému přehřátí a také jsme se s ním nesetkali. Došlo k němu pouze u pokusů trvajících déle než 1 hodinu (při výkonu magnetronu 800 W), když jsme substrát zahřívali pod zpětným chladičem s roztoky hydroxidu sodného. Hydroxid se při míchání za varu vyloučil v malém množství na stěnách baňky. Vzhledem k tomu, že silně absorbuje mikrovlnné záření, došlo k lokálnímu přehřátí a baňka praskla. Podobný efekt by mohla mít každá silně absorbující nečistota na stěnách baňky. Při případném vylití reakční směsi uvnitř mikrovlnné trouby by nemělo dojít k jejímu poškození (vnitřní prostor je v takovém případě třeba vytřít a důkladně opláchnout vodou). Důležité je, aby při práci nedošlo k poškození dvířek mikrovlnné trouby. Jinak pro práci platí základní zásada běžná pro všechna laboratorní cvičení – student provádí jen pokusy, které provádět má, a bez vědomí pedagoga nemění předepsaný postup.

## Experimentální část

V této části jsou uvedeny příklady pokusů, které by mohly mít využití ve školách. Pro většinu jsme použili mírně modifikované postupy popsané v příručce pro americké studenty středních škol<sup>17</sup>. Pro pokusy (s výjimkou dehydratace cyklohexanolu) lze použít kuchyňskou mikrovlnnou troubu. V našem případě to byla mikrovlnná trouba Whirlpool AVM 404 s nastavením výkonu na maximum, tj. 900 W (dále je nazývána mikrovlnná pec).

Na konci je uveden příklad z diplomové práce studenta 4. ročníku učitelství pro ZŠ Hynka Ondřeje<sup>18</sup>, který sledoval průběh dehydratace cyklohexanolu kyselinou fosforečnou v mikrovlnném prostředí při použití různého množství kyseliny a výkonu reaktoru. Tato dehydratační reakce provedená klasickým ohřevem je běžnou součástí posluchačských laboratoří z organické chemie. Student při práci používal mikrovlnný reaktor MREOS polské firmy Plasmatronika a pokusy provedl v mikrovlnné laboratoři Ústavu chemických procesů v Praze (v současné době již máme na katedře chemie PF UJEP vlastní reaktor MREOS).

### Orientační stanovení obsahu redukujícího sacharidu

Vzorek (1 g) glukosy, sacharosy, sladidla Fan Sweet (obsahuje aspartam a malé množství laktosy) nebo jiného sacharidu vložíme do 100 ml kádinky a rozpustíme ve 25 ml vody (lze použít i stejně množství ovocného džusu nebo různě koncentrované roztoky glukosy). Ke každému roztoku přidáme 5 ml Benedictova roztoku (príprava roztoku: 173 g citronanu sodného a 100 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> rozpustíme za mírného zahřátí v 700 ml vody, roztok zfiltrujeme, k filtrátu za stálého míchání přidáme 17,3 g CaSO<sub>4</sub> rozpouštěného ve 100 ml vody a roztok doplníme na objem 1000 ml. Roztok je nutné chránit před

světlem, případně je vhodné provést jeho funkční zkoušku<sup>19</sup>. V klinické biochemii se roztok používá k semikvantitativnímu stanovení redukujících cukrů v moči). Kádinky přikryjeme Petriho miskou a zahříváme v mikrovlnné peci 30 sekund (můžeme použít najednou až 5 kádinek). Pozorujeme barevné změny, které indikují přítomnost různých množství redukujících cukrů. Od původního modrého zbarvení (značí nepřítomnost redukujícího cukru) se barva roztoku mění přes zelenou, žlutou, oranžovou až po červenou (pro vyšší koncentrace redukujícího cukru).

Obdobně lze také provést semikvantitativní stanovení glukosy popsáne v Čs. lékopise<sup>19</sup>, pouze místo klasického ohřevu zkumavek na plameni použít mikrovlnný ohřev (1 minutu). Při ověřování uvedeného stanovení jsme použili vždy 20 ml roztoku glukosy ( $c = 0,0005; 0,001; 0,002; 0,008$  a  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) ve 100 ml kádinkách přikrytých Petriho miskou a pozorovali jsme barevné změny. Barva se měnila postupně od modré přes olivově zelenou ( $c = 0,0005 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ), zeleno-oranžovou ( $c = 0,001 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ), hnědooranžovou ( $c = 0,002 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) a červenooranžovou až červenou (pro ostatní vyšší koncentrace glukosy). Nalezené odstíny barev neodpovídaly zcela přesně odstínu popsánum v lékopise, ale vzhledem k tomu, že hodnocení podle zbarvení je značně subjektivní (tentozpůsob stanovení se dnes již nepoužívá) a cílem nebylo přesné stanovení koncentrace cukru, lze považovat pro didaktické účely změny barev za dostatečně ilustrující přítomnost různých množství redukujících cukrů.

#### Rychlá extrakce kofeinu z kávy nebo čaje

Do 400 ml kádinky dáme 100 ml vody a v ní rozpustíme 2 g hydrogenuhličitanu sodného, přidáme 4 zvážené sáčky porcovaného čaje (nebo můžeme použít stejně množství kávy), přikryjeme Petriho miskou a zahříváme 90 sekund v mikrovlnné peci; během zahřívání se voda uvede do varu. Po ochlazení na laboratorní teplotu (lze urychlit přidáním kostky ledu) vyjmeme čajové sáčky a roztok extrahuje 25 ml chloroformu ve 250 ml dělicí nálevce (stačí pouze promíchat, při intenzivním třepání dochází ke vzniku emulze). Extrakt vysušíme bezvodym síranem sodným a rozpouštědlo odparíme na odparce nebo oddestilujeme. Zvážíme získaný surový kofein (kolem 0,1 g podle druhu čaje), který můžeme přečistit sublimací. Případně můžeme provést srovnání množství surového kofeinu získaného z různých druhů čajů nebo kávy. Čistotu a množství kofeinu můžeme také stanovit pomocí

kapalinové chromatografie (vhodným rozpouštědlem je acetonitril) (cit.<sup>20</sup>).

Poznámky: V původním návodu<sup>17</sup> byl pro extrakci čaje uveden delší ohřev (2–3 minuty). Doba ohřevu k varu závisí na výkonu použité mikrovlnné pece a z bezpečnostních důvodů není vhodné nechat směs vřít prudce, stačí pouze zahřát k varu. Autoři<sup>17</sup> použili k následné extrakci kofeinu místo chloroformu těkavější dichlormethan a rozpouštědlo nechali v digestoru volně odpařit. Podle naší zkušenosti je při použití dichlormethanu tendence k tvorbě emulze větší než při použití chloroformu.

#### Příprava kyseliny acetylsalicylové (viz schéma 1)

Do 250 ml baňky s plochým dnem nebo do kádinky navázíme 5 g kyseliny salicylové a pak přidáme 5 ml acetanhydridu tak, aby pokryl všechny krystaly. Přikryjeme Petriho miskou a zahříváme v mikrovlnné peci 60 sekund. Opatrně vyjmeme a obsah promícháme (případně změříme teplotu běžným teploměrem mimo reaktor, teplota by měla být mezi 120 až 130 °C) a zahřejeme v mikrovlnné peci dalších 30 sekund. Po mírném ochlazení přidáme 20 ml studené vody a ponecháme stát 10 minut. Produkt odsajeme a po vysušení zvážíme, vypočítáme výtěžek a stanovíme teplotu tání. Produkt můžeme překrystalizovat z propan-2-olu (ke krystalizaci z cca 10 ml propan-2-olu můžeme opět využít mikrovlnnou pec, k rozpuštění produktu stačí zahřát v přiklopené kádince 10 sekund).

Poznámky: Výtěžek produktu po rekrytalizaci byl 80 % teoretického výtěžku. Při provedení preparace v laboratorních cvičeních klasickým způsobem se používá navíc kyselina fosforečná jako katalyzátor, reakční směs se zahřívá na vodní lázně 90 minut a dosažené výtěžky se pohybují v rozmezí 70–80 %.

#### Reakce maleinanhidridu s antracenem (Dielsova-Alderova cykloadice) (viz schéma 2)

1,8 g antracenu a 0,98 g maleinanhidridu jemně roztereme v třetí misce, dáme do kádinky (250 ml), přidáme 5 ml dimethylformamidu a mírně promícháme. Směs zahříváme v mikrovlnné peci 90 sekund. Po ochlazení produkt odsajeme, promyjeme  $2 \times 5 \text{ ml}$  methanolu, po vysušení na vzduchu zvážíme a stanovíme teplotu tání (265–266 °C). Výtěžek je prakticky 100 %. Struktura adaktu je pro studenty ZŠ a SŠ sice

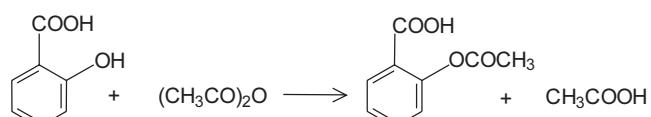


Schéma 1

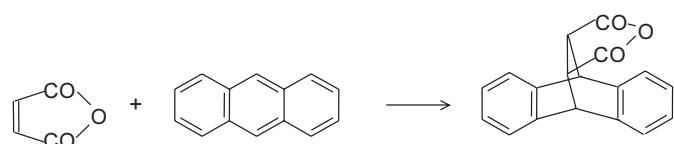


Schéma 2

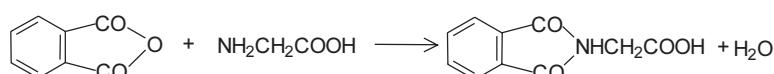


Schéma 3

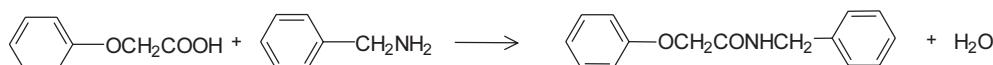


Schéma 4

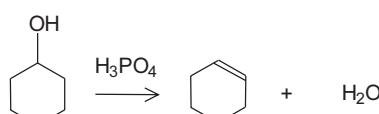


Schéma 5

složitější, ale snad aspoň některým se může zdát velmi zajímavá.

Poznámky: Původní předpis<sup>17</sup> používá místo dimethylformamidu jako rozpouštědlo diethylenglycoldimethylether (diglym), který jsme neměli k dispozici. Krom dimethylformamidu jsme vyzkoušeli ještě xylen, používaný při klasické syntéze. V tomto případě jsme museli prodloužit dobu ohřevu v mikrovlnné peci z 1,5 minut na 5 minut, zahřívali jsme za míchání pod zpětným chladičem a výtěžek produktu byl o 15 % nižší než při použití polárnějšího dimethylformamidu, který je pro reakci v mikrovlnném prostředí výrazně vhodnější. Reakce provedená klasickým ohřevem vyžaduje zahřívání pod zpětným chladičem 90 minut<sup>21</sup>.

#### Příprava ftaloylglycinu (viz schéma 3)

1,48 g ftalanhydridu a 0,75 g glycinu jemně rozetřeme v třecí misce, dáme do kádinky objemu 250 ml, přidáme 5 ml dimethylformamidu, kádinku přikryjeme Petriho miskou a 60 sekund zahříváme v mikrovlnné peci. Směs ochladíme, přidáme 10 ml vody a odpaříme na vakuové rotační odparce. Surový produkt překrystalizujeme z 10 ml ethanolu. Stanovíme teplotu tání a vypočteme výtěžek.

Poznámky: V původním předpisu<sup>17</sup> je uveden navíc katalyzátor (0,25 ml N-methylmorpholinu) a produkt by se měl po přidání vody vyloučit. V našem případě se krystalický produkt nevyloučil. Rozpouštědlo bylo proto odpařeno na vakuové odparce a produkt byl překrystalizován z ethanolu. Výtěžek ftaloylglycinu po rekrytalizaci byl cca 50 % teoretického výtěžku. Reakce provedená klasickým ohřevem (v toluenu) vyžaduje 2 hodiny zahřívání při teplotě varu<sup>22</sup>.

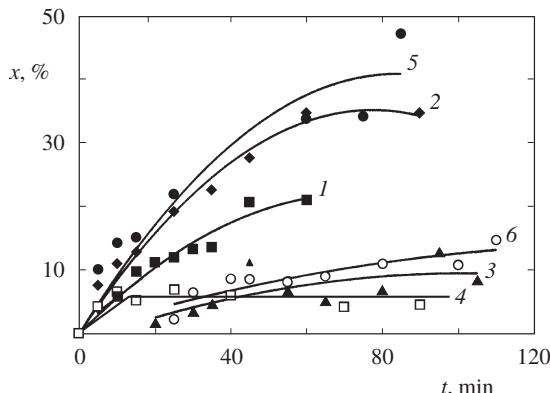
#### Příprava N-benzylamidu kyseliny fenoxyoctové (viz schéma 4)

Do 100 ml baňky dáme 1,52 g kyseliny fenoxyoctové, 1,1 ml benzylaminu, vložíme magnetické míchadélko a za stálého míchání pod zpětným chladičem zahříváme v mikrovlnné peci 5 minut, dokud veškerá kyselina fenoxyoctová nepřejde do kapalné fáze. Reakční směs ponecháme v digestoři 2 minuty částečně ochladit a pak ji rozpuštíme ve 30 ml acetolu. K roztoku přidáme 30 ml hexanu (pokud nedojde k rozpuštění, tak obsah mírně zahřejeme) a ponecháme chlad-

Tabulka I

Množství 85% kyseliny fosforečné a způsob ohřevu u pokusu 1–6

Číslo pokusu	$\text{H}_3\text{PO}_4$ [g]	Způsob ohřevu
1	41	mikrovlnný (7 W)
2	41	mikrovlnný (700 W)
3	41	klasický
4	51	mikrovlnný (7 W)
5	51	mikrovlnný (700 W)
6	51	klasický



Obr. 1. Závislost konverze cyklohexanolu  $x$  (%) na čase  $t$  (min) pro pokusy 1 – 6; jednotlivé křivky odpovídají pokusům uvedeným pod stejnými čísly I: 1 – 41 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , MW ohřev 7 W; 2 – 41 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , MW ohřev 700 W; 3 – 41 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , klasický ohřev; 4 – 51 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , MW ohřev 7 W; 5 – 51 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , MW ohřev 700 W; 6 – 51 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , klasický ohřev

nout v digestoři až do vyloučení krystalů. Teplota tání produktu byla v rozmezí 152–160 °C.

Poznámky: Podle původního předpisu<sup>17</sup> byla doba zahřívání v mikrovlnné peci pouze 90 sekund a směs byla zahřívána bez míchání ve 250 ml kádince přikryté Petriho miskou. I v tomto případě však zůstala část kyseliny nezreagovaná. Pokud není k dispozici mikrovlnná pec upravená pro magnetické míchání, je lepší po 90 sekundách ohřevu směs mimo pec promíchat a opět zahřát v mikrovlnné peci k varu, případně postup zopakovat, dokud kyselina fenoxyoctová nepřejde do roztoku. Místo acetolu lze k rozpuštění surového produktu použít i ethylacetátu.

### Dehydratace cyklohexanolu na cyklohexen (viz schéma 5)

Do 250 ml dvouhrlé reakční baňky s 60 ml cyklohexanolu přidáme příslušné množství 85 % kyseliny fosforečné (příklady viz tabulka I) a reakční směs vyhřejeme na 125 °C buď na olejové lázni nebo v mikrovlnném reaktoru MREOS (viz tabulka I). Při této teplotě zahříváme za míchání pod zpětným chladičem (60–100 minut, viz obr. 1). V pravidelných časových intervalech odebíráme vzorky (1 ml), zředíme 2 ml vody a extrahujeme do toluenu. Toluenový extrakt protřepeme 2 ml roztoku uhličitanu sodného a analyzujeme pomocí plynové chromatografie (množství cyklohexanolu a cyklohexenu stanovíme pomocí kalibrační křivky). Podrobnější výsledky pokusů, výpočty konverzí pro jednotlivé pokusy v závislosti na čase jsou uvedeny v diplomové práci H. Ondřeje<sup>18</sup>; zde je uveden pro ilustraci pouze výsledný graf závislosti konverze cyklohexanolu na cyklohexen pro jednotlivé pokusy. Graf názorně ukazuje vyšší reakční rychlosť u reakcí provedených v mikrovlnném prostředí (výjimkou je pokus č. 4, u kterého výkon reaktoru 7 W již nestačil na vyhřátí směsi k varu).

*Experimentální práce byla vykonána díky podpoře Fondu rozvoje vysokých škol. Za odborné vedení studenta Hynka Ondřeje při pokusech o dehydrataci cyklohexanolu v mikrovlnném prostředí děkuji Ing. M. Hájkovi a jeho spolupracovníkům z mikrovlnné laboratoře Ústavu chemických procesů AV ČR v Praze-Suchdole. Za spolupráci při ověřování ostatních uvedených pokusů na katedře chemie PF UJEP děkuji studentce Janě Ryndové.*

### LITERATURA

1. Gedye R. N., Smith F., Westaway K., Ali H., Baldisera L., Laberge L., Rouselt J.: *Tetrahedron Lett.* 27, 279 (1986).
2. Giguere R. J., Bray T. L., Duncan S. M.: *Tetrahedron Lett.* 27, 4945 (1986).
3. Toma Š.: *Chem. Listy* 87, 627 (1993).
4. Kingston H. M., Haswell S. J.: *Microwave-Enhanced Chemistry*. American Chemical Society, Washington, D.C. 1997.
5. *International Conference on Microwave Chemistry, September 6–11, Prague* (Hájek M., ed.), Book of Abstracts. Int. Chem. Proc. Fundamentals, Praha 1998.
6. Zischka M., Kettisch P., Kainrath P.: *At. Spectrosc.* 19, 223 (1998).
7. Perez-Cid B., Lavilla I., Bendicho C.: *Anal. Chim. Acta* 378, 201 (1999).
8. Sahuqillo A., Rauert G.: *Analyst* 124, 1 (1999).
9. Sarawatti R., Vetter T. W., Watters R. L.: *Analyst* 120, 95 (1995).
10. Llompart M. P., Lorenzo R. A., Cela R. F., Li K., Belanger J. M. R., Pare J. M. J.: *J. Chromatogr., A* 774, 243 (1997).
11. Tomaniová M., Hajšlová J., Pavelka J., Kocourek V., Holadová K., Klímová I.: *J. Chromatogr., A* 827, 21 (1998).
12. Hájek M.: *Bull. CSCH* 1992/1993, 1–3.
13. Abramovitsch A., Abramowitsch D. A., Tamaresely K.: *Tetrahedron Lett.* 32, 5251 (1991).
14. Gedye R. D.: *International Conference on Microwave Chemistry, September 6–11, Prague* (Hájek M., ed.), Book of Abstracts, PL3. Int. Chem. Proc. Fundamentals, Praha 1998.
15. Banik B. K., Barakat K. J., Wagle D. R., Manhas M. S., Bose A. K.: *J. Org. Chem.* 64, 5746 (1999).
16. Ng L. T., Chia L. H. L.: *Polym. Int.* 48, 952 (1999).
17. Bose A. K.: *Microwave Instant Lab<sup>TM</sup> the Bunsen Burner of 21<sup>st</sup> Century<sup>TM</sup>*. Kemtec Education Corporation, USA 1997.
18. Ondřej H.: *Diplomová práce*. PF UJEP, Ústí nad Labem 2001.
19. Československý lékopis, 4. vyd., sv. 1. Avicenum, Praha 1987.
20. Šafránková P.: *Diplomová práce*. PF UJEP, Ústí nad Labem 2000.
21. Dermer O. C., King J.: *J. Am. Chem. Soc.* 63, 3232 (1941).
22. Bose A. K., Greer F., Price C. C.: *J. Org. Chem.* 23, 1335 (1958).

**J. Šauliová** (*Faculty of Education, Department of Chemistry, J. E. Purkyně University, Ústí nad Labem*): **Utilization of Microwave Heating in Laboratory Training of Students and Demonstration Experiments**

The article sums up main advantages of microwave heating, which can be used in laboratory training of students in all types of schools. It also gives several examples of checked chemical experiments which could find use in laboratory training of students in organic chemistry or biochemistry or possibly as demonstration experiments in teaching chemistry. Detailed procedures and other checked experiments will be given in the appendix to instructions for laboratory training, which is currently in preparation.