



59. ročník

2022/2023

KRAJSKÉ KOLO

Kategorie A

Pokyny pro přípravu praktické části

POKYNY PRO PŘÍPRAVU PRAKTICKÉ ČÁSTI

Úloha 1 Barevná kondenzace

Pomůcky:

- Erlenmeyerova baňka 50 ml 4×
- odměrný válec 10 ml
- Pasteurova pipeta, savička („dudlík“)
- injekční stříkačka 1 ml, jehla
- kopistka (kovová špachtle nebo lžička)
- elektrická plotýnka nebo magnetická míchačka s ohřevem pro skupinky přibližně 4 studentů (v případě plotýnky je potřeba zařídit, aby její teplota byla nastavena co nejbližší 120 °C)
- Petriho miska na filtrační papír se vzorkem
- kádinka (průměr alespoň 5 cm) + Petriho miska nebo hodinové sklo na přikrytí
- dvě menší kádinky (na zahřívání vody/ethanolu)
- skleněná kapilára nebo skleněná Pasteurova pipeta 2×
- TLC destička
- vialka (skleněná, plastová, Eppendorfka) 4×
- pinzeta
- stojan* s držáky (křížová svorka*, velká klema, případně filtrační kruh) (*společné pro úlohu 2)
- skleněná nálevka (průměr cca 4 cm)
- skleněná tyčinka
- varné kamínky
- smotek vaty
- filtrační papír
- nůžky
- měkká tužka
- pravítko
- lihový fix na popisky
- chňapka (postačí i suchý hadr, společné pro úlohu 2)
- skleněná nálevka (průměr alespoň 4 cm) (pro filtrační aparaturu a)
- filtrační aparatura b) (není nutná): odsávací baňka, gumové těsnění, Büchnerova nálevka o průměru cca 6 cm, vodní vývěva
- laboratorní brýle (společné pro úlohu 2)
- rukavice (společné pro úlohu 2)
- led a větší kádinka na ledovou lázeň
- lihový nebo digitální teploměr (společné pro úlohu 2)

Pro všechny soutěžící:

- UV lampa (254 nm)
- nádoba na organická odpadní rozpouštědla

Chemikálie:

Pro reakci

- resorcinol, 800 mg na žáka (např. v Eppendorfci; navážit s přesností alespoň 10 mg)
- Dowex 50WX4, 1,0 g na žáka (např. v Eppendorfci)
- ethyl-acetoacetát, 1,0 ml na žáka, žáci ho mohou nabrat sami injekční stříkačkou z originální lahve

Rozpouštědla

- ethanol, ca 20 ml na žáka
- ethyl-acetát, ca 10 ml na žáka (je potřeba vyzkoušet, množství závisí na velikosti kádinky, ve které se bude vyvíjet TLC)

Úloha 2 Cukrometrie

UPOZORNĚNÍ:

Reakce glukosy s Fehlingovým činidlem je nestechiometrická a neprobíhá přesně podle běžně uváděné rovnice (oxidace aldehydicke skupiny na kyselinu). Současně dochází i k oxidaci další(ch) OH skupin a to v neceločíselném poměru. K výpočtu je tedy nutné použít výsledek standardizace a pouze porovnat spotřebu s ní. Výpočet z rovnice by nevedl ke správnému výsledku. Studenti, pokud budou postupovat podle návodu, tento problém nebudou řešit, protože jsou naváděni k porovnání ekvivalentů. Nicméně organizátory by to mohlo zmást, proto raději dáváme všem organizátorům tuto informaci.

Pomůcky:

- odměrná baňka 250 ml se zátkou
- odměrný válec 50 ml
- 2× pipeta 10 ml
- 2× kádinka 50 ml
- kádinka 150 ml
- kádinka 400 ml
- skleněná tyčinka
- stříčka s destilovanou vodou
- filtrační nálevka
- filtrační papír
- 3× titrační baňka
- byreta 25 ml, stojan s držáky
- nálevka do byrety
- pipetovací balonek
- ochranné brýle a rukavice
- papírové utěrky
- kapátko
- lihový nebo digitální teploměr
- vařič/topné hnízdo
- chňapka (na manipulaci se zahřátou titrační baňkou)



Chemikálie:

Navážky pro Fehlingovy roztoky A a B navažte co nejpřesněji podle zadání, kvantitativně je převedte do 1l odměrné baňky, rozpustte v destilované vodě a roztoky doplňte přesně po rysku. Jejich pečlivou přípravou se vyhnete nutnosti je standardizovat.

- Fehlingův roztok A, 80 ml na žáka
navážka 70 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (p.a.) se rozpustí v destilované vodě a doplní na 1 litr v odměrné baňce
- Fehlingův roztok B, 80 ml na žáka
navážka 100 g NaOH a 350 g tetrahydrátu vlnanu sodno-draselného (p.a.) se rozpustí v destilované vodě a doplní na 1 litr v odměrné baňce

- Pro koncentraci roztoku glukosy $c = 0,03482 \text{ mol/l}$ a navážku modré skalice $70,0024 \text{ g}$ činí průměrná spotřeba $17,0 \text{ ml}$. Pro velmi blízké koncentrace c a navážky modré skalice m lze spotřebu, odhadnout bez nutnosti standardizace podle následujícího vzorce:

$$V_{\text{spotřeba}} = \frac{m}{70,0024} \cdot \frac{0,03482}{c} \cdot 17 \text{ ml}$$

Při pečlivé přípravě roztoků tedy studentům zadejte Vámi zvolenou koncentraci roztoku glukosy (kolem $0,35 \text{ mol/l}$) a spotřebu jí odpovídající podle výše uvedeného vzorce.

- 1% roztok methylenové modři, 1 ml na žáka
1 g methylenové modři na 100 ml vodného roztoku
- Vzorek: rozbalenou tabletku hroznového cukru (Mivolis Traubenzucker mit Magnesium, viz obrázek) pro každého studenta co nejpřesněji zvažte a hmotnost zaznamenejte, bude využita pro hodnocení

Poznámky:

- Pro hodnocení je potřeba aby organizátoři s již připravenými roztoky experimentálně stanovili spotřebu pro jeden předem zvážený vzorek (nejlépe průměr ze tři titrací) podle postupu v zadání. Podle této spotřeby budou studenti hodnoceni podle postupu uvedeného v řešení.
- Před zahájením praktické části dozor v laboratoři provede krátké školení: ukáže studentům správné provedení podtlakové filtrace (velikost filtračního papíru v Büchnerově nálevce, jeho navlhčení, nalití suspenze, připojení na vakuum, odpojení od vakuu před promytím), nanesení vzorku na TLC destičku a hlavně vizualizaci pod UV lampou – pro srovnání vedle sebe příliš malé, ideální a příliš velké množství vzorku. Dozor dále studenty upozorní na bodové ztráty za rozbité sklo či nové vzorky: první výměna je bez bodové ztráty, jakákoli další výměna je penalizována $-1,00$ bodu. Vydání nové TLC destičky je taktéž penalizováno $-1,00$ bodu.
Dále je potřeba studentům sdělit, aby si před zahájením prací důkladně pročetli návod. Je doporučeno začít nasazením organické syntézy a během reakční doby pracovat na druhé úloze. Na úlohách mohou studenti pracovat v libovolném pořadí. Zdůrazněte studentům, že při titraci je nezbytně nutné vzorek zahřát nad $90 \text{ }^\circ\text{C}$ a že vzorek mohou titrovat přímo na vyhřáté míchačce.
- Při použití podtlakové filtrace je nutné zajistit soutěžícím rovné možnosti – dozor v laboratoři by měl dohlédnout na to, aby se na filtraci netvořily fronty, a studenti tak neztráceli čas.
- TLC destičky, skleněné kapiláry a potřebné chemikálie si můžete vyžádat u tajemnice chemické olympiády (zuzana.kotkova@vscht.cz), budou vám zaslány poštou. Upřesněte počet studentů, pro které vybavení potřebujete. Počítejte s dostatečnou rezervou, aby každý student mohl dostat jednu destičku a jednu kapiláru na vyžádání navíc.
- Pokud studenti pracují s Eppendorfkami, je vhodné poskytnout jim stojánek na jejich opření – postačí Petriho miska s vyšším okrajem nebo kostka polystyrenu s vytlačenými dírami.
- Měkkou tužku, průsvitné pravítko a nůžky je možné nachystat i pro skupinky soutěžících. Dozor v laboratoři pak musí zajistit optimální sdílení, aby studenti nečekali.
- Jako varný kamínek nejlépe poslouží malý střep z porézního materiálu – květináče, dlaždice...
- Během vlastní práce evidujeme bodové ztráty:
 $-1,00$ bodu za vydání nové TLC destičky
 $-1,00$ bodu za vydání jakékoli náhradní pomůcky při jejím rozbití (první doplnění je však bez bodové ztráty)