



**60. ročník**

**2023/2024**

**ŠKOLNÍ KOLO**

**Kategorie E**

---

**Praktická část – pokyny pro přípravu**

## PRAKTICKÁ ČÁST

---

### Úloha 1 Syntéza paracetamolu

#### Vybavení pro jedno pracovní místo:

- lihový fix a tužka
- papírové utěrky
- stříčka s destilovanou vodou
- skleněná nádoba na vodní lázeň
- laboratorní zvedáček
- magnetická míchačka s ohřevem
- magnetické míchadlo (2×)
- stojan laboratorní (2×)
- křížová svorka (3×)
- držák pro NZ 29/32 (3×)
- držák pro teploměr
- lžička a špachtle
- teploměr
- odměrný válec 10 ml
- odměrný válec 50 ml
- předvážky s přesností 0,01 g
- baňka s kulatým dnem 100 ml s NZ 29/32
- Liebigův chladič s NZ 29/32
- hadice pro připojení vody k chladiči
- injekční stříkačka 5,0 ml s jehlou
- podstavec pod baňku s kulatým dnem 100 ml
- kádinka 400 ml
- kádinka 250 ml (2×)
- kádinka 150 ml (3×)
- filtrační kruh
- dělicí nálevka hruškovitá dle Squibba 250 ml
- Erlenmeyerova baňka 100 ml
- nálevka hladká filtrační
- filtrační papír
- plastová nádoba na ledovou lázeň (2×)
- nůžky
- násypka
- tyčinka
- Büchnerova nálevka
- těsnění pro filtraci za sníženého tlaku
- odsávací baňka 500 ml
- pinzeta
- zdroj vakua
- hodinové sklo nebo Petriho miska na produkt
- hodinové sklo na přikrytí kádinky pro TLC
- zkumavky nebo vialky pro TLC analýzu (4×)
- skleněná kapilára nebo Pasteurova pipeta
- TLC destička s UV indikátorem 254 nm

#### Vybavení společné pro více pracovních míst

- UV lampa 254 nm pro vyhodnocení TLC
- aparatura pro stanovení bodu tání
- sušárna na chemikálie
- výrobce ledu

#### Chemikálie

*p*-aminofenol  $\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{OH}$  pevný č.

- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 4 g.

Acetanhydrid  $(\text{H}_3\text{CCO})_2\text{O}$  č.

- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 5 ml.

Ethyl-acetát  $\text{H}_3\text{CCOOCH}_2\text{CH}_3$  č.

- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 120 ml.

Síran hořečnatý bezvodý  $\text{MgSO}_4$  č.

- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 10 g.

Aceton  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$  č.

- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 40 ml.

Paracetamol – standard pro TLC

- V třecí misce se rozdrtí tablety paracetamolu a převedou se do zásobní lahvičky.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 0,5 g.

## Úloha 2 Stanovení paracetamolu v lékové formě

### Vybavení pro jedno pracovní místo:

- lihový fix a tužka
- papírové utěrky
- stříčka s destilovanou vodou
- skleněná nádoba na vodní lázeň
- laboratorní zvedáček
- topné hnízdo pro baňku 250 ml
- varné kamínky
- stojan laboratorní (2×)
- křížová svorka (3×)
- držák pro NZ 29/32 (2×)
- držák na byretu
- lžička
- špachtle
- odměrný válec 10 ml
- odměrný válec 50 ml
- baňka s kulatým dnem 250 ml s NZ 29/32
- Liebigův chladič s NZ 29/32
- hadice pro připojení vody k chladiči
- podstavec pod baňku s kulatým dnem 250 ml
- třecí miska s tloučkem
- lodička na vážení
- plastová nádoba na chlazení
- kádinka 150 ml (2×)
- kádinka 250 ml
- kádinka 400 ml
- nálevka hladká filtrační
- skleněná tyčinka
- filtrační papír
- nůžky
- odměrná baňka 100 ml se zátkou
- plastové kapátko
- byreta 25 ml
- titrační baňka 250 ml (3×)
- malá nálevka na doplňování byrety
- pipeta nedělená 10 ml
- pipetovací balonek

### Vybavení společné pro více pracovních míst:

- předvážky s přesností 0,01 g
- analytické váhy

### Chemikálie:

Paralen® tablety

- Spotřeba na jednoho soutěžícího 3 tablety (je vhodné mít dostatek do zálohy v případě nezdaru stanovení).

Kyselina sírová  $H_2SO_4$  cca 1M vodný roztok

- Odměrným válcem odměřených 56 ml koncentrované (96 % hm.) kyseliny sírové se rozmíchá v 600 ml studené destilované vody a po zchlazení se doplní na 1000 ml destilovanou vodou.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 50 ml.

Kyselina chlorovodíková HCl cca 2M vodný roztok

- Odměrným válcem odměřených 177 ml koncentrované (35 % hm.) kyseliny chlorovodíkové se rozmíchá v 600 ml studené destilované vody a po zchlazení se doplní na 1000 ml destilovanou vodou.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 60 ml.

Indikátor ferroin 0,025M vodný roztok v kapací lahvičce

- Indikátor je dostupný komerčně k okamžitému použití, alternativně jej lze připravit následovně: v kádince se rozpustí v 50 ml vody 0,70 g heptahydrátu síranu železnatého a 1,50 g *o*-fenantrolin hydrochloridu a následně převede do 100ml odměrné baňky a doplní destilovanou vodou po značku.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího přibližně 10 ml. Je vhodné mít v kapací lahvičce společně pro maximálně tři soutěžící.

Síran ceričitý tetrahydrát  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 0,02M odměrný roztok

- Na předvážkách se odváží 20,22 g pevného  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , p. a., rozpustí se za stálého míchání v kádince ve 400 ml vody obsahující 55 ml koncentrované (96 % hm.) kyseliny sírové. Kvantitativně se převede do 1000ml odměrné baňky, doplní se po rysku destilovanou vodou a dobře se zhomogenizuje.
- Roztok není třeba standardizovat, pouze je třeba soutěžícím sdělit fiktivní přesnou koncentraci.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího přibližně 100 ml.

### Úloha 3 Stanovení cetirizin-dihydrochloridu v lékové formě

#### Vybavení pro jedno pracovní místo

- lihový fix a tužka
- papírové utěrky
- stříčka s destilovanou vodou
- křížová svorka (2×)
- držák na byretu
- držák na elektrodu
- byreta 25 ml
- malá nálevka na doplnění byrety
- lžička
- špachtle
- lodička na vážení
- třecí miska s tloučkem
- kádinka 150 ml (2×)
- kádinka 250 ml (2×)
- odměrný válec 100 ml
- magnetická míchačka
- magnetické míchadlo
- pH-metr s měrnou pH-elektrodou
- odměrný válec 100 ml
- notebook/PC s tabulkovým procesorem

#### Vybavení společné pro více pracovních míst

- předvážky s přesností 0,01 g
- analytické váhy

#### Chemikálie

Tablety léčivého přípravku s deklarovaným obsahem 10 mg cetirizin dihydrochloridu

- Je vhodné využít tablety Cetirizin Dr. Max<sup>®</sup> nebo Zyrtec<sup>®</sup>. Nevyužívat tablety s levocetirizinem, mají poloviční obsah účinné látky a tato koncentrace se již špatně stanovuje.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího je 6 tablet. Je vhodné mít záložní tablety pro případný nezdar stanovení.

Směs aceton–voda (7:3) obj.

- Smíchá se 7 objemových dílů acetonu č. se 3 objemovými díly vody a promíchá.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 120 ml.

Hydroxid sodný NaOH 0,02M odměrný roztok

- Na předvážkách se odváží 0,80 g NaOH a za stálého míchání se rozpustí v kádince ve 300 ml vody, následně se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml a doplní destilovanou vodou po značku a homogenizuje.
- Odměrný roztok není potřeba standardizovat, soutěžícím se pouze sdělí fiktivní „přesná“ koncentrace. Je vhodné tuto fiktivní koncentraci volit nepatrně menší, než odpovídá navážce NaOH (cca o 5-10 % dle kvality NaOH).
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 60 ml.