



**58. ročník**

2020/2021

**KRAJSKÉ KOLO**

**Kategorie A**

---

**Pokyny pro přípravu praktické části**

## POKYNY PRO PŘÍPRAVU PRAKTICKÉ ČÁSTI

---

### Úloha 1 Jodometrické stanovení vitamínu C

#### Poznámka:

Namísto roztoku kyseliny *l*-askorbové bude studentům předložen roztok thiosíranu sodného. Studenti budou se vzorkem pracovat, jako kdyby to byla kyselina *L*-askorbová. Kyselina *L*-askorbová není stálá v roztoku, vzorek by bylo potřeba připravit těsně před titrací a to není v možnostech organizátorů zajistit.

#### Pomůcky:

- odměrná baňka 100 ml se vzorkem
- 2x pipeta 25 ml
- 2x kádinka 250 ml
- stříčka s destilovanou vodou
- nálevka
- 3x titrační baňka
- byreta 25 ml a stojan s držáky
- pipetovací balonek
- odměrný válec 50 ml
- odměrný válec 10 ml
- ochranné brýle a rukavice
- papírové utěrky
- 2x kapátko

#### Chemikálie:

- odměrný roztok thiosíranu sodného, přibližná koncentrace  $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  (přesnou koncentraci je potřeba stanovit), 100 ml na žáka  
navážka: 12,41 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (7,906 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) na 1 litr odměrného roztoku
- roztok jódu, přibližná koncentrace  $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  (přesnou koncentraci je potřeba stanovit), 100 ml na žáka  
příprava (1 litr roztoku): Přibližně 30 gramů KI se rozpustí v 60 ml destilované vody. Tento roztok se využije k rozpuštění 12,69 g jemně rozetřeného jódu. Vzniklý roztok se doplní po rysku do objemu 1 litru.
- 2M roztok kyseliny sírové, 25 ml na žáka  
příprava: 110 ml 98% kyseliny sírové na 1 litr 2M roztoku
- roztok škrobového indikátoru, 5 ml na žáka  
(příprava: povaření 1 g kukuřičného škrobu ve 100 ml destilované vody, vznikne zakalený roztok)
- vzorek thiosíranu sodného (použije se místo vzorku kyseliny *L*-askorbové), 10 ml na žáka (na jeden vzorek)  
navážka: 15,88 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  na 100 ml (10,12 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

## Úloha 2 Jak vyčistit acetanilid

### Pomůcky:

- Erlenmeyerova baňka 250 ml
- kádinka 250 ml 2x (lze použít z úlohy 1)
- skleněná nálevka (průměr alespoň 7 cm)
- odměrný válec 10 ml (lze použít z úlohy 1)
- odměrný válec 100 ml (lze použít z úlohy 1)
- kovová špachtle nebo lžička
- varný kamínek
- elektrická plotýnka nebo kahan + trojnožka + síťka
- Petriho miska na filtrační papír se vzorkem 2x (označená A a B)
- kádinka (průměr alespoň 5 cm) + Petriho miska na přikrytí
- skleněná kapilára nebo skleněná Pasteurova pipeta 2x
- TLC destička
- vialka (skleněná, plastová, Eppendorfka) 2x
- kapátko 1 ml 2x (nebo malá injekční stříkačka)
- pinzeta
- stojan\* s držáky (křížová svorka\*, velká klema\*, případně filtrační kruh) (\*lze použít z úlohy 1)
- filtrační papír
- nůžky
- měkká tužka
- pravítko
- lihový fix na popisky
- kožené pracovní rukavice (na práci s horkým sklem)
- filtrační aparatura č. 2 (není nutná): odsávací baňka, gumové těsnění (nebo vrтанá zátka), Büchnerova nálevka o průměru cca 6 cm, vodní vývěva
- laboratorní brýle (lze použít z úlohy 1)
- rukavice (lze použít z úlohy 1)

### Pro všechny soutěžící:

- UV lampa (254 nm)
- Ochranné brýle pro práci s UV lampou
- nádoba na organická odpadní rozpouštědla

### Chemikálie:

#### Na směs k separaci

- acetanilid, 2,0 g na žáka
- kyselina salicylová, 0,5 g na žáka
- písek, 0,5 g na žáka
- aktivní uhlí, na špičku špachtle na žáka

Od každé látky navážíme (počet žáků + 3) a všechny látky důkladně promícháme, až než získáme homogenní směs. Tu následně navážíme do vialek po 3,0 g na každého žáka. Zbylou rezervu uschováme pro případ, kdy by někdo ze soutěžících potřeboval nový příděl.

Aktivního uhlí přidáme raději méně než více. Výsledkem by měla být jen lehce našedlá směs, aby bylo vidět „znečištění“, ale současně aby aktivní uhlí nevadilo při pozorování rozpustnosti acetanilidu.

#### Na vzorky pro TLC

- 1,4-dibrombenzen, 15 mg na žáka (vialka č. 1)
- acetanilid, 4 mg na žáka (vialka č. 2)
- kyselina salicylová, 7 mg na žáka (vialka č. 3)

Vzorky odvážíme pro každého studenta zvlášť a vialky zřetelně označíme (nejlépe štítkem nebo lakovým popisovačem, lihový fix se snadno smyje).

*Rozpouštědla*

- ethanol, ca 7 ml na žáka (po 1 ml do pěti vialek plus na ztráty při odměřování)
- ethyl-acetát, ca 10 ml na žáka (je potřeba vyzkoušet, množství závisí na velikosti kádinky, ve které se bude vyvíjet TLC)

#### **Poznámky:**

- 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 vakua 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, že na úlohách mohou pracovat v libovolném pořadí. Doporučené je začít úlohou č. 2 a v prostojích pracovat na úloze č. 1, ale není to nezbytně nutné.
- Při organické syntéze stačí používat kohoutkovou vodu, destilovaná není potřeba.
- Všichni studenti budou mít neznámé vzorky očíslované stejně.
- 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.
- 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.
- Vialky je možné nahradit zkumavkami.
- 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...
- Pokud je to v možnostech organizátorů, doporučujeme nachystat na úlohu 2 všechno sklo separátně, tj. nesdílet ho s úlohou 1 (2x kádinka, 2x odměrný válec)
- 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 výměna je však bez bodové ztráty