



**58. ročník**

**2021/2022**

**NÁRODNÍ KOLO**

**Kategorie A**

---

**Pokyny pro přípravu praktické části**

## POKYNY PRO PŘÍPRAVU PRAKTICKÉ ČÁSTI

---

### Úloha 1 Manganometrické stanovení vápenatých iontů

#### Pomůcky:

- odměrná baňka 100 ml se vzorkem
- 4x kádinka 250 ml
- kádinka 100ml
- pipeta 25 ml
- stříčka s destilovanou vodou
- 3x hodinové sklo
- lžička
- 5x kapátko/pasteurka
- 3x nálevka, minimálně 7 cm v průměru
- Malá nálevka do byrety
- filtrační papír
- 3x Erlenmeyerova baňka 250 ml
- 2x stojan
- 3x filtrační kruh
- černé pozadí/černý papír
- 3x titrační baňka
- byreta 25 ml a držáky na byretu
- magnetická míchačka s ohřevem
- skleněná tyčinka
- odměrný válec 50 ml
- odměrný válec 10mL
- pinzeta
- nůžky
- pipetovací balonek
- papírové utěrky
- ochranné brýle a rukavice (rukavic bude k dispozici více párů)
- hadřík nebo gumové prsty na sundávání horkých kádinek
- lihový fix

#### Chemikálie:

- roztok  $\text{KMnO}_4$ ,  $c = 0,02 \text{ mol/l}$ , 100 ml na žáka  
 $3,161 \text{ g KMnO}_4$  na  $1 \text{ dm}^3$ ,  $M(\text{KMnO}_4) = 158,034 \text{ g/mol}$  (je potřeba určit přesnou koncentraci)
  - 3M roztok kyseliny sírové, 150 ml na žáka
  - šťavelan amonný, 10 g na žáka **pozor, jde o toxickou látku, pracujte s rukavicemi a brýlemi**
  - roztok amoniaku (1:1), 50 ml na žáka
  - 0,25M roztok šťavelanu amonného, 10 ml za žáka
  - nasycený roztok dusičnanu vápenatého, 10 ml na žáka, rozpustnost 1290 g/l (20 °C)
  - roztok methyl červeně, příprava: 100 mg methyl červeně na 100 ml ethanolu, 5 ml na žáka
  - vzorek vápenatých iontů, 100 ml na žáka
- příprava vzorku:** odpipetování 8–10 ml zásobního roztoku do baňky na vzorek, je nutno zaznamenat přesné odpipetované množství!
- příprava zásobního roztoku:** 94,46 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  na 1 liter roztoku  
 $M(\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 236,15 \text{ g/mol}$

V laboratoři je potřeba mít alespoň jednu ultrazvukovou lázeň

## Úloha 2 Bromace acetanilidu

### Pomůcky:

- baňka s kulatým dnem 50 ml (NZ14)
- násypka (NZ14)
- zpětný chladič (NZ14)
- magnetické míchadlo
- magnetická míchačka (společně pro úlohu 1)
- odměrný válec 50 ml (společně pro úlohu 1)
- odměrný válec 5 ml (společně pro úlohu 1)
- Erlenmeyerova baňka 250 ml
- odsávací baňka
- gumové těsnění
- Büchnerova nálevka, průměr cca 6,5 cm
- Petriho miska na odezdání produktu
- vialka 3x (mikrozkumavka (Eppendorfk))
- kádinka (průměr alespoň 3 cm) + Petriho miska na přikrytí
- skleněná kapilára nebo skleněná Pasteurova pipeta 2x
- TLC destička
- pinzeta (společně pro úlohu 1)
- kovová špachtle (společně pro úlohu 1)
- filtrační papír (společně pro úlohu 1)
- nůžky (společně pro úlohu 1)
- měkká tužka
- průsvitné pravítko
- stojan (společně pro úlohu 1) s držáky (křížová svorka 2x, klema malá 1x, velká 1x)
- laboratorní brýle (společně pro úlohu 1)
- rukavice (společně pro úlohu 1)

### Pro všechny soutěžící:

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

### Chemikálie:

- acetanilid, 2,03 g na žáka
- bromičnan draselný, 0,84 g na žáka
- kyselina bromovodíková (48% vodný roztok), 4,21 g (2,8 ml) na žáka
- kyselina octová, 20 ml na žáka
- thiosíran sodný (5% vodný roztok), 25 ml na žáka
- ethanol, ca 8 ml na žáka (3 ml na promytí krystalů, 3 ml na vzorky na TLC, ca 2 ml 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)

Všechny chemikálie budou mít žáci odvážené a odměřené v lahvičkách na pracovním stole.

### Poznámky:

- Před zahájením praktické části dozor v laboratoři provede krátkou instruktáž. Upozorní na doporučené zorganizování si času na práci. Ukáže studentům správný postup uchycení aparatury (baňka pevně, chladič volně), intenzita míchání, 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 vizualizaci pod UV lampou – pro srovnání vedle sebe příliš malé, ideální a příliš velké množství vzorku. Dále dozor ukáže uchycení tří kruhů s nálevkami na jeden stojan. 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.
- 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.
- U TLC destiček je potřeba počítat se 2 ks na studenta.
- Pokud studenti pracují s Eppendorfkami, je vhodné poskytnout jim stojánek na jejich opření – postačí Petriho miska s vyšším okrajem nebo lépe polystyren s vytlačenými dírkami.
- Vialky je možné nahradit zkumavkami, pokud jsou k dispozici dostatečně dlouhé kapiláry.
- Měkkou tužku, průsvitné pravítko a nůžky je možné nachystat i pro skupinky soutěžících. Dozor v laboratoři pak musí zajistit optimální sdílení, aby studenti nečekali.
- 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