



58. ročník

2021/2022

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie A

Pokyny pro přípravu praktické části

POKYNY PRO PŘÍPRAVU PRAKTICKÉ ČÁSTI

Úloha 1 Jodometrické stanovení chlornanu sodného v Savu

Pomůcky:

- odměrná baňka 100 ml obsahující vzorek, zátka
- 1x kádinka 250 ml
- 3x kádinka 100 ml
- pipeta dělená 10 ml
- stříčka s destilovanou vodou
- lžička
- nálevka
- 3x titrační baňka 250 ml
- byreta 25 ml a stojan s držáky
- pipetovací balonek
- odměrný válec 50 ml
- odměrný válec 10 ml
- ochranné brýle a rukavice
- papírové utěrky
- ochranné brýle
- rukavice



Savo Original

Chemikálie:

- roztok standardu KBrO_3 , přibližná koncentrace $c = 0,01667 \text{ mol/l}$, 50 ml na žáka
navážka 2,784 g na 1 l
výpočet přesné koncentrace, která bude zadána studentům: $c = \frac{m_{\text{KBrO}_3}}{M_{\text{KBrO}_3} \cdot V} = \frac{\text{navážka}}{167 \cdot V}$
- odměrný roztok thiosíranu sodného, přibližná koncentrace $c = 0,05 \text{ mol/l}$
(přesnou koncentraci je potřeba stanovit), 200 ml na žáka
navážka 12,409 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ na 1 l (7,906 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
- 2M roztok kyseliny chlorovodíkové, 100 ml na žáka
příprava: 175 ml 35% kyseliny chlorovodíkové na 1 litr 2M roztoku
- jodid draselný, 5 g na žáka
- roztok škrobového indikátoru, 10 ml na žáka
(příprava: povaření 1 g kukuřičného škrobu ve 100 ml destilované vody, vznikne zakalený roztok)
- vzorek Sava 7,50–8,00 g ve 100ml odměrné baňce. Je potřeba hmotnost pro každý vzorek zaznamenat, studenti ji potřebují k výpočtu.

Vzorek je potřeba připravit čerstvý z nového Sava! Chlornan podléhá rozkladu a dlouhé stání může ovlivnit výsledky stanovení.

Na trhu jsou různé alternativy Sava s různými obsahy chlornanu. Toto stanovení je však zaměřeno na Savo Original (viz obrázek výše).

Odhadovaná časová náročnost: 90 minut

Úloha 2 Hrátky s acetanilidem

Pomůcky:

- Erlenmeyerova baňka 100 ml (obsahující 5,0 ml anilinu)
- Erlenmeyerova baňka 250 ml
- kádinka nebo Erlenmeyerova baňka 500 ml
- odměrný válec 100 ml
- kovová špachtle nebo lžička
- filtrační aparatura – varianta 1: odsávací baňka, gumové těsnění, Büchnerova nálevka, vodní vývěva
- filtrační aparatura – varianta 2: skleněná nálevka (průměr min. 7 cm), kádinka
- elektrická plotýnka nebo kahan + trojnožka + síťka
- varný kamínek (porézni střep)
- chňapka/suchý hadřík na horké sklo
- stříčka s vodou
- skleněná tyčinka
- Petriho miska nebo hodinové sklo na sušení produktu
- kádinka (průměr min. 3 cm) + Petriho miska na přikrytí
- skleněná kapilára nebo skleněná Pasteurova pipeta
- TLC destička
- pinzeta
- vialka (skleněná, plastová, mikrozkušavka (Eppendorfka)) 3x
- stojan s držáky (křížová svorka, velká klema, případně filtrační kruh)
- filtrační papír
- nůžky
- měkká tužka
- pravítko
- lihový fix na popisky
- ochranné brýle
- gumové rukavice

Pro všechny soutěžící:

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

Chemikálie:

- anilin, 5,1 g (5,0 ml) na žáka – odměřený do 100ml Erlenmeyerovy baňky
- acetanhydrid, 7,7 g (7,0 ml) na žáka
- ethanol, cca 1,5 ml na žáka
- ethyl-acetát, cca 10 ml na žáka
- volitelně jód, několik krystalků na žáka (pokud není k dispozici UV lampa)

Poznámky:

- Pro odměření anilinu a acetanhydridu je možné použít injekční stříkačky. Acetanhydrid mohou studenti pomocí stříkačky (bez jehly) také přidávat do roztoku anilinu.
- Erlenmeyerovy baňky je možné v případě nutnosti nahradit kádinkami.
- Vialky je možné nahradit zkumavkami.
- TLC destičky a skleněné kapiláry si můžete vyžádat u tajemnice chemické olympiády (zuzana.kotkova@vscht.cz), budou vám zaslány poštou. Upřesněte počet studentů, pro které vybavení potřebujete.

- Při organické syntéze stačí používat kohoutkovou vodu, destilovaná není potřeba.
- Odpadní rozpouštědla a roztoky (neobsahující vodu) je třeba sbírat a nechat odborně zlikvidovat.
- Anilin je bezbarvá nebo mírně nažloutlá kapalina. Při delším skladování na vzduchu se však oxiduje a podléhá kondenzačním reakcím – na pohled tmavne. Pokud máte k dispozici takto znečištěný anilin, bude připravený acetanilid obsahovat tyto nečistoty a krystaly budou na pohled tmavé (od žluté přes hnědou po černou v závislosti na množství nečistot). Pro jejich odstranění je možné provést krystalizaci s karborafinem. Karborafin (aktivní uhlí) má schopnost adsorbovat nečistoty na svůj povrch a tím krystalizovanou látku „vyčistit“. Při krystalizaci se postupuje podle návodu (část b, bod 1), jen se k suspenzi surového acetanilidu ve vodě přidá malé množství karborafinu (obvykle cca ½ malé lžičky). Dále se postupuje podle návodu (body 2–3). Když se všechny acetanilid rozpustí a v roztoku nejsou patrná oka taveniny, je třeba roztok za horka zfiltrovat gravitační filtrací (varianta filtrace č. 2) – filtrační papír zachytí karborafin a nečistoty a filtrát po ochlazení poskytne čistý bílý acetanilid. Je třeba pracovat opatrně, aby se filtrační papír neprotrhl, ale současně rychle, aby acetanilid nezačal krystalizovat ve stonku nálevky. Tomu lze předejít i tak, že se nálevka předem vyhřeje, např. horkou vodou, v sušárně či fénem. Tato část postupu je v úloze „navíc“, po studentech nebude vyžadována ve vyšších kolech a není nutné ji provádět ani tehdy, když je výchozí anilin tmavý. Nicméně se jedná o poměrně často prováděnou operaci, která může být pro studenty zajímavá a poučná.

Odhadovaná časová náročnost: 120 minut + sušení přes noc

Úloha 3 Nitrace acetanilidu

Pomůcky:

- Erlenmeyerova baňka 50 ml
- lžička
- skleněná tyčinka
- teploměr
- nálevka malá
- odměrný válec 10 ml (lze použít z úlohy 1)
- kádinka 10 ml (lze použít i 10 ml Erlenmeyerovu baňku, skleněnou vialku nebo zkumavku)
- kádinka 250 ml
- baňka s kulatým dnem 100 ml
- zpětný chladič
- varný kamínek (porézní střepek nebo magnetické míchadlo)
- ledová lázeň (skleněná, plastová nebo kovová miska, drcený led)
- vodní lázeň (skleněná nebo kovová miska)
- filtrační aparatura – varianta 1: odsávací baňka, gumové těsnění, Büchnerova nálevka, vodní vývěva
- filtrační aparatura – varianta 2: skleněná nálevka velká (min 7 cm v průměru), kádinka 250 ml
- elektrická plotýnka (nebo magnetická míchačka s vyhřívanou plotýnkou)
- stojan s držáky (křížová svorka, velká klema, filtrační kruh)
- stříčka s vodou
- filtrační papír
- nůžky
- lihový fix na popisky
- ochranné brýle
- gumové rukavice
- násypka (lze vynechat)
- kovová špachtle (lze vynechat)

Pro všechny soutěžící:

- váhy
- nádoba na organická odpadní rozpouštědla

Chemikálie:

- acetanilid, 5,0 g na žáka (z předchozí úlohy)
- kyselina octová (99%), 5,0 ml na žáka
- kyselina sírová (96%), 11,4 ml na žáka
- kyselina dusičná (68%), 2,2 ml na žáka
- ethanol, cca 20–40 ml na žáka

Poznámky:

- Pokud žák připraví méně acetanilidu, je nutné přepočítat množství ostatních chemikálií. Doporučujeme nepoužívat méně než 4,0 g.
- Žáci nesmí pracovat s koncentrovanými kyselinami, proto oba roztoky v úvodním kroku připraví učitel a žák se jen dívá.
- Na rekrystalizaci nepoužívejte kahan, práce s ethanolem v blízkosti otevřeného ohně je velmi nebezpečná.

Odhadovaná časová náročnost: 150 minut + 2x sušení přes noc