



VŠCHT PRAHA

**Ústřední komise
Chemické olympiády**



61. ročník

2024/2025

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

1. Praktická část – Pokyny pro přípravu

PRAKTICKÁ ČÁST

Úloha 1 Redukce vanilinu na vanilylalkohol

Vybavení pro jedno pracovní místo:

- lihový fix a tužka
- magnetická míchačka a magnetické míchadlo
- křížová svorka (2×)
- baňka s kulatým dnem 100 ml s NZ 29/32
- odměrný válec 50 ml (2×)
- gumové těsnění na odsávací baňku
- filtrační papír
- plastová miska na chlazení
- kádinka 50 ml (2×)
- kádinka 250 ml na TLC
- hadice na připojení k chladiči
- špachtle (2×)
- násypka
- indikátorové papírky
- předvážky s přesností 0,01 g
- zátka plastová NZ 29/32
- výrobník ledu
- skleněná kapilára nebo Pasteurova pipeta (4×)
- sušárna na chemikálie
- podstavec pod baňku s kulatým dnem 100 ml
- dělicí nálevka 250 ml dle Squibba se zátkou
- filtrační nálevka
- papírové utěrky
- stojan (2×)
- držák na NZ 29/32 (2×)
- odměrný válec 10 ml
- odsávací baňka 500 ml se skleněnou olivkou
- Büchnerova nálevka
- nůžky
- stříčka s destilovanou vodou
- laboratorní zvedáček
- kádinka 100 ml (2×)
- hodinové sklo na přikrytí kádinky 250 ml
- lžička (2×)
- pinzeta
- plastové kapátko (3×)
- skleněná tyčinka (2×)
- sada dvou pasujících Petriho misek
- zdroj vakua
- zkumavky nebo vialky pro TLC analýzu (5×)
- TLC destička s UV indikátorem 254 nm (3×6 cm)
- savička
- filtrační kruh
- varné kamínky

Vybavení společné pro více pracovních míst

- předvážky s přesností 0,01 g (nejméně 1× na 3 soutěžící)
- výrobník ledu
- UV lampa 254 nm pro vyhodnocení TLC
- digestoř (nejméně 1× na 6 soutěžících)

Chemikálie

Vanilin $C_8H_8O_3$ pevný č.

- V zásobní lahvi u každých předvážek. Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 7 g.

Tetrahydridoboritan sodný $NaBH_4$ č.

- V zásobní lahvi u každých předvážek. Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 2 g.

Hydroxid sodný NaOH cca 1,0M vodný roztok

- Do kádinky s 50 ml destilované vody se po částech za stálého míchání vsype 4,0 g NaOH č., obsah kádinky se po rozpuštění pevného NaOH kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 100 ml, doplní destilovanou vodou po značku a řádně homogenizuje.
- Soutěžící obdrží 50 ml v zásobní lahvičce.

Kyselina chlorovodíková cca 6M vodný roztok

- Pomocí odměrného válce se odměří 266 ml koncentrované (35 % hm.) kyseliny chlorovodíkové a vlije se do 200 ml destilované vody. Tento roztok se převede do odměrné baňky o objemu 500 ml, doplní destilovanou vodou po značku a homogenizuje.
- Soutěžící obdrží 30 ml v zásobní lahvičce.

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

- Soutěžící obdrží 100 ml v zásobní lahvičce.

Hydrogenuhlíčan sodný NaHCO_3 cca 10% roztok

- Do zásobní lahve se naváží přibližně 100 g hydrogenuhlíčitanu sodného č. a přidá se cca 900 ml destilované vody a homogenizuje se do rozpuštění. Případné pevné reziduum se odfiltruje.
- Soutěžící obdrží 100 ml v zásobní lahvičce.

Chlorid sodný NaCl nasycený vodný roztok

- Do zásobní lahve se naváží přibližně 400 g chloridu sodného č. a přidá se cca 1000 ml destilované vody a homogenizuje se do rozpuštění. Případné pevné reziduum se odfiltruje.
- Soutěžící obdrží 100 ml v zásobní lahvičce.

Síran sodný Na_2SO_4 bezvodý č.

- Soutěžící obdrží cca 20 g v dobře uzavřené a těsnící zásobní lahvičce.

Mobilní fáze pro TLC (dichlormethan-methanol-kyselina octová – 98,5:1,0:0,5 obj.)

- V kádince se smísí 98,5 obj. dílu dichlormethanu č., 1,0 objemový díl methanolu č. a 0,5 obj. dílu kyseliny octové konc. č.
- Soutěžící obdrží 30 ml v zásobní lahvičce.

Aceton $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ č.

- Soutěžící obdrží 20 ml v zásobní lahvičce.

Vanilylalkohol – standard pro TLC

- Do celkem 3 zásobních lahviček se umístí po cca 1 g komerčního vzorku vanilylalkoholu. Tyto lahvičky jsou společné pro všechny soutěžící.

Vanilin – standard pro TLC

- Do celkem 3 zásobních lahviček se umístí po cca 1 g komerčního vzorku vanilinu. Tyto lahvičky jsou společné pro všechny soutěžící.

Úloha 2 Stanovení vanilinu hydroxylaminovou metodou

Vybavení pro jedno pracovní místo:

- lihový fix a tužka
- stojan
- držák na byretu
- nálevka na doplňování byrety
- nálevka hladká menších rozměrů
- odměrný válec 50 ml
- pipeta nedělená 10 ml
- pipeta nedělená 20 ml
- kádinka 100 ml (2×)
- kádinka 250 ml
- plastové kapátko (2×)
- špachtle
- analytické váhy
- titrační baňka 250 ml (3×)
- papírové utěrky
- křížová svorka
- byreta 25 ml s teflonovým kohoutem
- lodička na vážení
- odměrný válec 10 ml
- skleněná tyčinka
- pipetovací balonek
- kádinka 150 ml
- kádinka 400 ml
- lžička
- předvážky s přesností 0,01 g
- odměrná baňka 100 ml se zátkou
- magnetická míchačka a míchadlo
- bílá podložka pod titrační baňku

Vybavení společné pro více pracovních míst:

- předvážky s přesností 0,01 g (nejméně 1× na 3 soutěžící)
- analytické váhy (nejméně 1× na 5 soutěžících)

Chemikálie:

Vanilin $C_8H_8O_3$ pevný č. (komerční vzorek)

- V zásobních lahvích u každých předvážek. Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 5 g.

Ethanol C_2H_5OH techn.

- Soutěžící obdrží 150 ml v zásobní lahvičce.

Hydroxid draselný KOH 0,50M odměrný roztok v ethanolu techn.

- Na předvážkách se odváží 28,05 g KOH a za stálého míchání se rozpustí v kádince v 700 ml ethanolu techn., následně se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml a doplní ethanolem po značku a homogenizuje.
- Odměrný roztok není potřeba standardizovat, soutěžícím se pouze sdělí fiktivní „přesná“ koncentrace s přesností na 4 platná místa.
- Soutěžící obdrží 100 ml v zásobní lahvičce.

Kyselina chlorovodíková HCl, 0,50M odměrný roztok

- Do 500 ml destilované vody se odměrným válcem odměří 45 ml koncentrované (35 % hm.) kyseliny chlorovodíkové a promíchá se. Takto připravený roztok se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml, doplní destilovanou vodou po značku a řádně homogenizuje.
- Odměrný roztok není potřeba standardizovat, soutěžícím se pouze sdělí fiktivní „přesná“ koncentrace s přesností na 4 platná místa.
- Soutěžící obdrží 200 ml v zásobní lahvičce.

Dimethylová žluť 0,2% ethanolický roztok

- Na předvážkách se odváží 0,20 g pevné dimethylové žluti a v odměrné baňce o objemu 100 ml se rozpustí v čistém ethanolu, doplní po značku a homogenizuje.
- Umístí se do kapacích lahviček společných pro maximálně 2 soutěžící.
- Spotřeba na jednoho soutěžícího cca 5 ml.

Hydroxylamin-hydrochlorid $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ cca 1,0M roztok v 60%(V/V) ethanolu

- Na předvážkách se odváží 6,95 g hydroxylamin-hydrochloridu a za stálého míchání se rozpustí v kádince v 70 ml směsi 60 obj. dílů ethanolu techn. a 40 obj. dílů destilované vody, následně se kvantitativně převede do odměrné baňky o objemu 100 ml a doplní směsí 60 obj. dílů ethanolu techn. a 40 obj. dílů destilované vody po značku a homogenizuje.
- Soutěžící obdrží 40 ml v zásobní lahvičce.