



59. ročník

2022/2023

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie A

Pokyny pro přípravu praktické části

POKYNY PRO PŘÍPRAVU PRAKTICKÉ ČÁSTI

Úloha 1 A zase katalýza

Chemikálie:

• benzaldehyd	4,24 g	(4,0 ml v injekční stříkačce)
• thiamin·HCl	0,70 g	(ve vialce)
• hydroxid sodný (3M vodný roztok)	cca 1,5 ml	(ve vialce)
• destilovaná voda	1,5 ml	(ve stříčce)
• ethanol	ve stříčce	(ve stříčce)
• mobilní fáze (5% (V/V) ethyl-acetátu v toluenu)	cca 10 ml	(ve vialce)

Pomůcky:

- baňka s kulatým dnem 50 ml (NZ14)
- baňka s kulatým dnem 100 ml (NZ14)
- násypka (NZ14)
- zpětný chladič (Dimrothův) (NZ14)
- magnetické míchadlo
- odměrný válec 5 ml
- odsávací baňka 250–500 ml
- gumové těsnění
- Büchnerova nálevka, průměr cca 4 cm
- Petriho miska dvoudílná na odevzdání produktu
- Eppendorfka 5×
- stojan na Eppendorfky
- kádinka 150 nebo 250 ml + Petriho miska/hodinové sklo na přikrytí
- skleněná Pasteurova pipeta 3×
- savička (dudlík)
- TLC destička (4.5 × 6.5 cm)
- kovová špachtle
- teploměr, rozsah cca 0–100 °C
- nádoba na vodní lázeň
- nádoba na ledovou lázeň
- pH papírky
- injekční stříkačka 1 ml
- injekční stříkačka 2 ml
- 2× jehla
- alobal (kousek 5 × 5 cm)
- měkká tužka
- průsvitné pravítko
- magnetická míchačka s ohřevem
- stojan s držáky (křížová svorka 2×, klema malá 1×, velká 1×; společně pro úlohu 2)
- laboratorní brýle (společně pro úlohu 2)
- pinzeta (společně pro úlohu 2)
- filtrační papír (společně pro úlohu 2)
- nůžky (společně pro úlohu 2)
- rukavice (společně pro úlohu 2)

Pro více studentů dohromady:

- zdroj vakua
- vakuová hadice
- led
- UV lampa (254 nm)
- nádoba na organická odpadní rozpouštědla

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. 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

Úloha 2 Jodometrické stanovení kofeinu

Pomůcky:

- kádinka 250 ml
- 3× kádinka 150 ml
- pipeta nedělená 20 ml
- stříčka s destilovanou vodou
- 1× nálevka, minimálně 7 cm v průměru
- malá nálevka do byrety
- 3× titrační baňka
- byreta 25 ml
- křížová svorka a malá klema nebo držák na byretu (navíc oproti úloze 1)
- 2× stojan (1 z předchozí úlohy)
- 1× filtrační kruh s křížovou svorkou
- 3× skleněná tyčinka
- odměrný válec 10 ml
- odměrný válec 25 ml
- pipetovací balonek
- pevná zátka na rozdrcení tablety
- plastové kapátko

Společně pro úlohu 1:

- dva archy filtračního papíru
- pinzeta
- nůžky
- papírové utěrky
- ochranné brýle a rukavice (rukavic bude k dispozici více párů)
- lihový fix
- stříčka s destilovanou vodou

Chemikálie:

- roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $c = 0,1 \text{ mol/l}$, 100 ml v GL lahvičce
- roztok I_2 , $c = 0,05 \text{ mol/l}$, 100 ml v Erlence se zátkou (100 nebo 250 ml velká baňka)
- 10% roztok kyseliny sírové, 100 ml v GL lahvičce
- roztok škrobového mazu, cca 5 ml ve vialce
- 4 tablety kofeinového přípravku Kofex

Příprava chemikálií:

- roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $c = 0,1 \text{ mol/l}$, 100 ml na žáka
24,818 g pentahydrátu thiosíranu sodného se rozpustí v destilované vodě a doplní v odměrné baňce na 1 litr, přesnou koncentraci stanoví organizátoři titrací podle následujícího postupu:
 KBrO_3 ($M = 167,00$) 334,0 mg se rozpustí v destilované vodě a doplní v odměrné baňce na 100 ml, pro titraci se odpipetuje 10 ml tohoto roztoku standardu, přidá se 20 ml dest. vody, 30 ml 4M HCl a 2 g KI, po pěti minutách se titruje roztokem thiosíranu téměř do odbarvení, pak se přidá několik kapek škrobového mazu a roztok se dotitruje do odbarvení.
(přesnou koncentraci uvést studentům)
nachystat 6 litrů
- roztok I_2 , $c = 0,05 \text{ mol/l}$, 100 ml na žáka
(přesnou koncentraci je potřeba zjistit)
12,690 g jodu se rozpustí v roztoku 36 g KI ve 100 ml dest. vody pomocí ultrazvukové lázně, přidají se 3 kapky konc. HCl a roztok se doplní na 1 litr
nachystat 6 litrů
- 10% roztok kyseliny sírové, 120 ml na žáka
10 ml konc. k. sírové se nalije do 100 ml dest. vody (skutečná koncentrace je vyšší, ale je to jedno)
nachystat 8 litrů
- roztok škrobového mazu, 5 ml na žáka
povařením 1 g kukuřičného škrobu ve 100 ml destilované vody, vznikne zakalený roztok
nachystat 300 ml

Poznámka:

- obsah kofeinu v jedné tabletě Kofex je přibližně 55,4 mg podle HPLC, 56,2 mg titrací dle návodu a 56,2 mg titrací alikvotního podílu filtrátu extraktu z 10 tablet, odchylka titrace je vzhledem k HPLC i k titraci čistého kofeinu +1% při uvedeném postupu

