



58. ročník

2021/2022

KRAJSKÉ KOLO

Kategorie A

Praktická část – Zadání

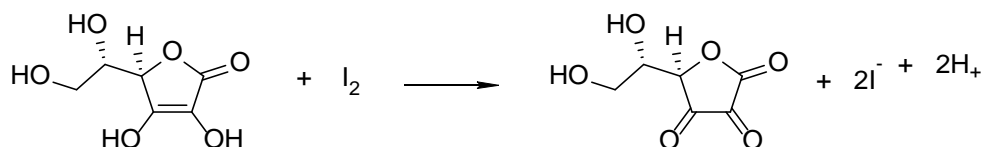
40 bodů, 180 minut

**PRAKTICKÁ ČÁST****40 BODŮ**

Upozornění: za vydání jakékoli náhradní pomůcky nebo chemikálie (při rozbití, vylití a podobně) budete penalizováni –1,00 bodu za položku; pouze první výměna je bez bodové ztráty.

Úloha 1 Jodometrické stanovení vitamínu C**12 bodů**

Kyselina L-askorbová, známá také pod názvem vitamín C, je pro tělo důležitý antioxidant. Člověk, primáti a někteří další savci musí vitamín C získávat z potravy, protože si jej nedokáží sami vytvořit. Kyselinu L-askorbovou lze stanovit oxidimetrickými metodami, při kterých je oxidována na kyselinu L-dehydroaskorbovou.

**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:

- roztok jódu, $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
(přesnou koncentraci uvedou organizátoři)
- roztok thiosíranu sodného, $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$
(přesnou koncentraci uvedou organizátoři)
- 2M roztok kyseliny sírové
- roztok škrobového indikátoru
- vzorek kyseliny L-askorbové

$$M(\text{kyselina L-askorbová}) = 176,12 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Úkol:

Stanovte jodometricky hmotnost kyseliny L-askorbové ve vzorku.



Pracovní postup pro stanovení kyseliny L-askorbové

1. Doplňte 100 ml odměrnou baňku se vzorkem destilovanou vodou po rysku.
2. Odpipetujte 25 ml roztoku vzorku do titrační baňky.
3. Do baňky se vzorkem odpipetujte 25 ml roztoku jódu, obsah baňky promíchejte a poté přidejte 20 ml destilované vody a 5 ml 2M kyseliny sírové.
4. Titrujte odměrným roztokem thiosíranu sodného až do doby, kdy obsah baňky změní barvu z hnědé na světle žlutou.
5. Přidejte přibližně 1 ml škrobového indikátoru a pokračujte v titraci až do odbarvení modrého obsahu baňky.
6. Titraci proveďte třikrát, spotřeby zaznamenejte do pracovního listu.

Otázky a úkoly:

1. Napište vyčíslenou rovnici v iontovém tvaru reakce thiosíranových iontů s jódem.
2. Vypočítejte hmotnost kyseliny L-askorbové v původním vzorku. Přesnou koncentraci roztoků jódu a thiosíranu sodného vám poskytnou organizátoři.
3. Na jakém principu funguje škrobový indikátor?
4. Ve vzorci kyseliny L-askorbové vyznačte hvězdičkou stereogenní centrum/centra.

**Úloha 2 Jak vyčistit acetanilid****28 bodů**

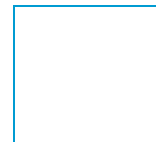
Včera jste v laboratoři připravili acetanilid. Po rekrystalizaci jste získali krásné bílé krystaly, které jste nechali do rána sušit na filtračním papíru v digestoři. Vedle sušil váš kolega kyselinu salicylovou. V noci se přihnala velká bouřka a průvan navál do digestoře z komína saze a písek. Navíc rozfoukal kolegovy krystaly kyseliny salicylové a váš původně běloučký a čistoučký acetanilid je nyní znečištěný pískem, sazemí a kyselinou salicylovou. Vy si s tím ale zajistě poradíte.

Chemikálie:

- acetanilid znečištěný kyselinou salicylovou, sazemí a pískem 3,0 g
- vzorky na TLC, označené 1, 2, 3, každý v malé vialce (obsahují acetanilid, kyselinu salicylovou a 1,4-dibrombenzen v neznámém pořadí)
- ethanol
- ethyl-acetát

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)

**Bezpečnostní opatření:**

Ochranné pomůcky:

Při práci mějte na očích ochranné brýle a na ruku rukavice.

H-věty:

acetanilid: H302

kyselina salicylová: H302, H318

1,4-dibrombenzen: H315, H319, H335, H400, H411

H302 Zdraví škodlivý při požití.

H315 Dráždí kůži.

H318 Způsobuje vážné poškození očí.

H319 Způsobuje vážné podráždění očí.

H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.

H400 Vysoce toxický pro vodní organismy.

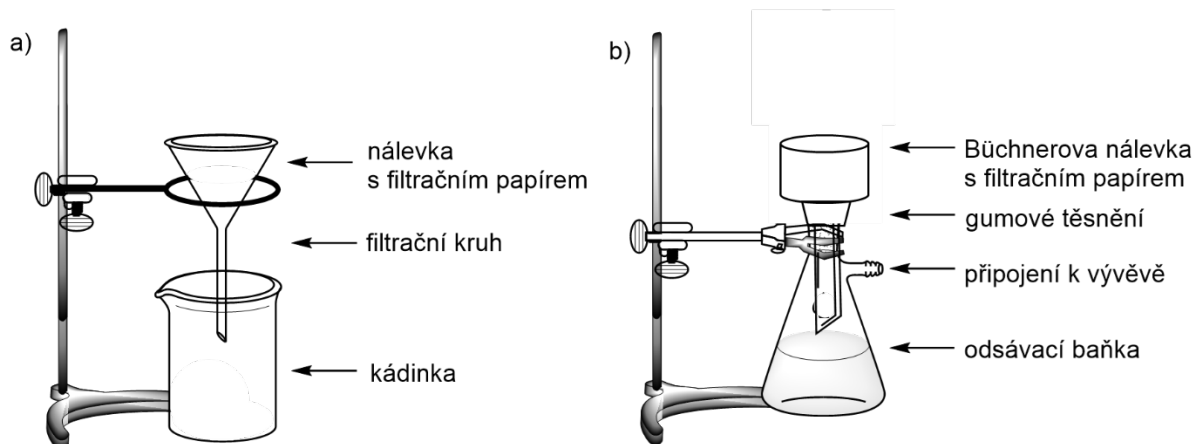
H411 Toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.

Likvidace odpadů:

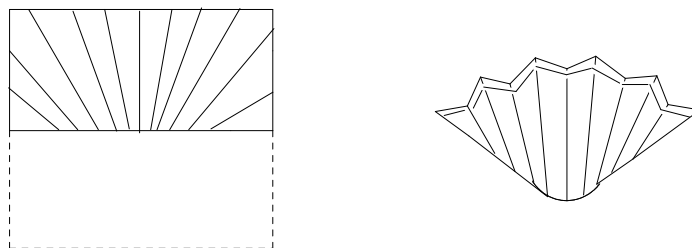
Vodné roztoky vylévejte do výlevky. Organická rozpouštědla a jejich roztoky vylévejte do speciálních nádob na odpadní rozpouštědla.

Pracovní postup:**a) Izolace acetanilidu**

1. Znečištěný acetanilid převedte do 250ml Erlenmeyerovy baňky a přidejte k němu varný kamínek. Přilijte 40 ml vody, baňku postavte na vyhřívanou plotýnku (případně můžete použít kahan s trojnožkou a sítkou) a začnete zahřívat.
2. Než začne voda v baňce vřít, připravte si filtrační aparaturu podle obrázku 1a: ke stojanu připevněte filtrační kruh, vložte do něj nálevku a pod ní umístěte 250ml kádinku. Stopka nálevky by se měla dotýkat stěny kádinky. Poskládejte filtrační papír (obrázek 2) a vložte jej do nálevky.
3. Až začne voda v baňce vřít, část krystalů se rozpustí a zbytek vytvoří taveninu, která bude tvořit nažloutlá „oka“ na dně baňky. Po malých částech (cca 3 ml) přidávejte ke směsi vodu a vždy počkejte, až se směs začne znovu vařit. Přidávky opakujte, až než se rozpustí „oka“ acetanilidu. Poté přidejte ještě 5 ml vody a opět počkejte, až směs začne vřít.
4. Vypněte zahřívání. Baňku v rukavicích opatrně uchopte a směs za horka přefiltrujte. Pracujte opatrně, baňka je horká.
5. Kádinku s filtrátem vychlaďte pod proudem studené vody. Vyloučí se bílé krystalky acetanilidu. Produkt nechte ještě 5 min stát při laboratorní teplotě. Mezitím odložte filtrační papír se zachyceným pískem a aktivním uhlím na Petriho misku označenou Vaším startovním číslem a písmenem A, nálevku opláchněte a osušte.
6. Připravte si filtrační aparaturu. Dle pokynů organizátorů zvolte jednu z následujících variant:
 - a) Běžná filtrace (obrázek 1a): postup viz bod (2).
 - b) Filtrace za sníženého tlaku (obrázek 1b): Odsávací baňku uchytněte pomocí kovové klemy ke stojanu. Do hrdla vložte gumové těsnění a následně Büchnerovu nálevku. Z filtračního papíru vystříhnete kruh takové velikosti, aby přikryl všechny otvory v nálevce, ale současně aby zakrýval pouze dno a nepřesahoval do stěn. Filtrační papír lehce navlhčete vodou, aby dobře přisedl na otvory v nálevce.



Obrázek 1: Sestavení filtrační aparatury. a) Běžná filtrace s filtračním papírem, b) filtrace za sníženého tlaku přes Büchnerovu nálevku.



Obrázek 2: Postup skládání filtračního papíru.

7. Vyloučené krystaly odfiltrujte a promyjte malým množstvím studené vody. Filtrační papír opatrně přeneste na Petriho misku označenou vaším startovním číslem a písmenem B a nechte sušit na vzduchu.

b) Tenkovrstvá chromatografie (TLC)

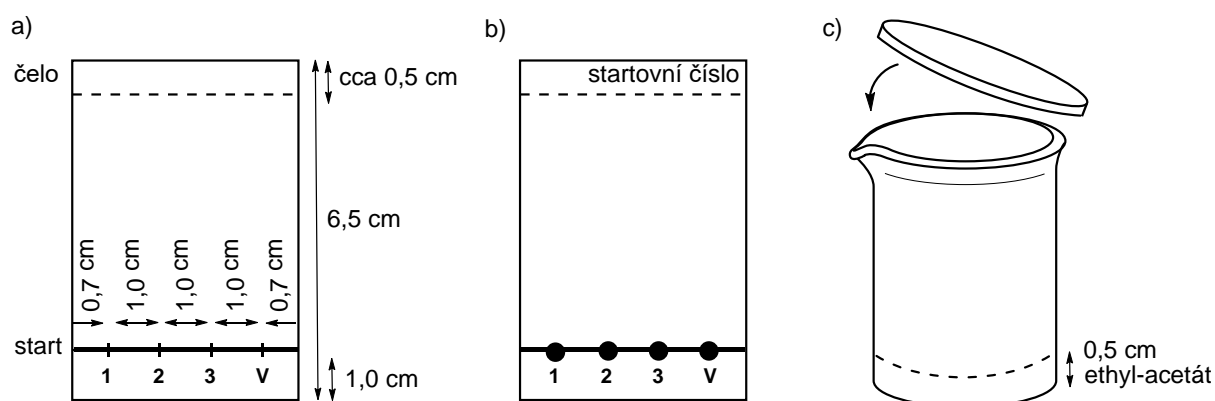
Postup přípravy TLC destičky i vyvíjecí cely uvádí obrázek 3.

1. Z rekrystalizovaného produktu odeberte velmi malé množství (na špičku špachtle) krystalů a přeneste je do prázdné vialky, kterou označte písmenem V (vzorek). Druhou prázdnou vialku označte E (ethanol). Do všech pěti vialek, 1, 2, 3, V a E přidejte po 1 ml ethanolu. Promíchejte, až se vzorky rozpustí. Vzorky 1, 2 a 3 obsahují acetanilid, kyselinu salicylovou a 1,4-dibrombenzen v neznámém pořadí.
2. Do kádinky opatřené Petriho miskou jako víčkem nalijte 4–5 mm vysokou vrstvu ethyl-acetátu. Kádinku přiklopte Petriho miskou. Připravte si TLC destičku. Obyčejnou tužkou nakreslete startovací linii a označte pozice pro nanesení vzorků: 1, 2, 3, V. Pozor, na tužku nesmíte tlačit, aby nedošlo k porušení vrstvy silikagelu.
3. Pomocí čisté kapiláry naneste na značku 1 jednu malou kapku vzorku 1. Nanášení se provádí tak, že kapiláru ponoříte do roztoku a následně ji velmi opatrně a lehce přiložíte k určené pozici na destičce, aby se uvolnilo jen malé množství roztoku a vytvořilo skvrnu o průměru max. 3 mm. Pozor, destičku nesmíte porušit! Namísto kapiláry postačí i Pasteurova pipeta, na kterou nedáte savičku (dudlík) a necháte jen stonkem natáhnout malé množství roztoku. Zbytek roztoku z kapiláry nechte vsáknout do filtračního papíru. Kapiláru poté ponoříte do vialky E obsahující čistý ethanol, nechte



nasát trochu kapaliny a poté přiložte k filtračnímu papíru a nechte vsáknout. Toto promytí ještě jednou zopakujte a poté umytou kapilárou naneste jednu kapku vzorku 2 na značku 2. Postupně naneste všechny čtyři vzorky. Počkejte asi minutu, než se odpaří zbytek rozpouštědla. Pod UV lampou ověřte, že jste nanесли odpovídající množství vzorku – tečky na startu musejí být jasně viditelné, ale nesmějí být příliš velké a nebo se dokonce slévat. Pokud jsou tečky málo intenzivní, přidejte na každou značku další kapku/y vzorku. Pokud se vám příprava destičky nepodařila, můžete si od dozoru v laboratoři vyžádat novou (bodová ztráta –1 bod). Celkem máte nárok pouze na dvě destičky – tu, kterou jste dostali na začátku, a jednu náhradní.

- Pomocí pinzety přeneste destičku do kádinky (vyvíjecí cely) s ethyl-acetátem, aby se její boční okraje nedotýkaly stěn. Celu uzavřete a nechte destičku vyvíjet.
- Ve chvíli, kdy mobilní fáze vystoupí cca 5 mm pod okraj destičky, destičku vyjměte a okamžitě si měkkou tužkou označte vzdálenost čela mobilní fáze od startu. Následně nechte destičku 2 min uschnout.
- Destičku umístěte pod UV lampu a tužkou opatrně obkreslete pozici skvrn. Poznámka: skvrny putující s čelem rozpouštědla mají tendenci se rozmývat do stran a tvořit souvislý pruh v čele destičky.



Obrázek 3: Provedení TLC analýzy. a) Příprava TLC destičky, b) nanesení skvrn, c) příprava vyvíjecí cely (kádinky) s mobilní fází.

Úkoly:

- Srovnáním retenčních faktorů neznámých vzorků 1–3 a vámi rekrystalizovaného acetanilidu určete, který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje acetanilid, a svůj závěr vysvětlete.
- Který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje 1,4-dibrombenzen a který kyselinu salicylovou? Svě rozhodnutí zdůvodněte.
- Vypočtete hodnotu R_f vzorku 2.
- Podle TLC určete, zda se vám podařilo krystalizací oddělit všechnu kyselinu salicylovou od acetanilidu.
- Před opuštěním pracovního místa připravte vedle sebe Petriho misku (A) s filtračním papírem obsahujícím nečistoty, Petriho misku (B) s rekrystalizovaným acetanilidem, TLC destičku/y a pracovní listy.

PRACOVNÍ LIST**40 BODŮ****Úloha 1 Jodometrické stanovení vitamínu C****12 bodů**

OZNAČENÍ VZORKU:

Spotřeba odměrného roztoku thiosíranu

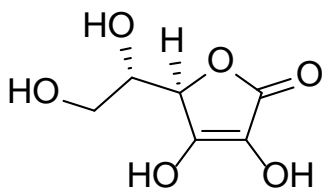
číslo stanovení	1.	2.	3.	4.	PŘIJATÁ SPOTŘEBA
spotřeba [ml]					

body:**1. Napište vyčíslenou rovnici v iontovém tvaru reakce thiosíranových iontů s jódem.**

<input type="text"/>	body:
----------------------	--------------

**2. Vypočítejte hmotnost kyseliny L-askorbové v původním vzorku.**Opište přesnou koncentraci odměrného roztoku $c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} =$ mol · dm⁻³Opište přesnou koncentraci roztoku $c_{\text{I}_2} =$ mol · dm⁻³

Výpočty:

 $m =$ mg**body:****3. Na jakém principu funguje škrobový indikátor?****body:****4. Ve vzorci kyseliny L-askorbové vyznačte hvězdičkou stereogenní centrum/centra.****body:**

--

Úloha 2 Jak vyčistit acetanilid**28 bodů**

1. Srovnáním retenčních faktorů neznámých vzorků 1–3 a vámi rekrystalizovaného acetanilidu určete, který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje acetanilid, a svůj závěr vysvětlete.

Vzorek, který obsahuje acetanilid:	body:
------------------------------------	--------------

2. Který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje 1,4-dibrombenzen a který kyselinu salicylovou? Své rozhodnutí zdůvodněte.

1,4-dibrombenzen:	body:
kyselina salicylová:	

3. Vypočítejte hodnotu R_f vzorku 2.

	body:
--	--------------

4. Podle TLC určete, zda se vám podařilo krystalizací oddělit všechnu kyselinu salicylovou od acetanilidu. Zakroužkujte správnou odpověď.

Kyselinu salicylovou se mi podařilo / nepodařilo oddělit.	body:
---	--------------

5. Před opuštěním pracovního místa připravte vedle sebe Petriho misku (A) s filtračním papírem obsahujícím nečistoty, Petriho misku (B) s rekrystalizovaným acetanilidem, TLC destičku/y a pracovní listy.

Prostor pro hodnocení	body:
Bodová ztráta	