



60. ročník

2023/2024

KRAJSKÉ KOLO

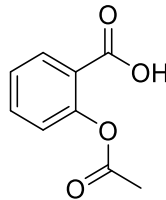
Kategorie A

Praktická část – Zadání

40 bodů, 180 minut

PRAKTICKÁ ČÁST**40 BODŮ****Úloha 1 Hrátky s acylpyrinem****23 bodů**

Při čtení různých návodů chemických preparací vás určitě často napadla otázka „A co kdybychom to udělali jinak? Co kdybychom tyhle dva kroky přehodili? Dopadlo by to stejně?“ A přesně tohle zkusíme v této úloze udělat. Surovina pro vaši dnešní práci bude tabletky aspirinu – léčiva obsahujícího acetylsalicylovou kyselinu. Vaším úkolem je tuto aktivní látku z tablety vyextrahovat způsobem podobným, jako tomu bylo ve školním kole. Ale s drobnou obměnou. Zkusíme, co se stane, když pořadí kroků prohodíme a nejprve rozpustíme tabletu v bazickém vodném roztoku a následně budeme látku extrahovat do organického rozpouštědla. Bude to fungovat stejně? Kdo ví...



kyselina acetylsalicylová

Pomůcky

- třecí miska s tloučkem
- 2 plastové mikrozskumavky (eppendorfy)
- magnetická míchačka s ohřevem, míchadlo nebo varný kamínek
- 2 laboratorní stojany, 2 křížové svorky, velká klema, malá klema, filtrační kruh
- chladič lázeň s ledem
- 100ml Erlenmeyerova baňka
- 2× 50ml Erlenmeyerova baňka se zátkou
- 100ml–250ml dělicí nálevka se zátkou
- 250ml kádinka
- 100ml kádinka
- 20–50ml odměrný válec
- velké hodinové sklo
- nálevka
- filtrační papír
- 2 skleněné tyčinky
- aparatura na filtraci za sníženého tlaku (Büchnerova nálevka, odsávací baňka, těsnění)
- 5× Pasteruova pipeta nebo kapátko
- TLC destička
- 2 kapiláry
- stříčka s lihem
- stříčka s destilovanou vodou
- Petriho miska se startovním číslem
- lihový popisovač
- pH papírky
- tužka
- nůžky



- pinzeta
- lžička
- kopistka
- papírové utěrky

Společné vybavení

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

Chemikálie

- tablety aspirinu
- ethyl-acetát (asi 20 ml na osobu)
- 5% roztok Na_2CO_3 (asi 20 ml na osobu)
- 10% roztok HCl (asi 20 ml na osobu)
- nasycený roztok NaCl (20 ml na osobu)
- bezvodý Na_2SO_4 (uchovávejte uzavřený)

Úkol

- 1) Vyextrahujte z aspirinu kyselinu acetylsalicylovou
- 2) Ověřte čistotu vyextrahované kyseliny pomocí tenkovrstvé chromatografie pro oba postupy
- 3) Odpovězte na otázky v pracovním listu

Pracovní postup

1. Extrakce

- 1) Ve třecí misce rozetřete 1 tabletu aspirinu na jemný prášek. Odeberte na špičku kopistky prášku a dejte do plastové mikrozkrumavky označené číslem 1 (budete dále potřebovat jako standard pro TLC stanovení).
- 2) Zbytek prášku převedte do 100ml Erlenmeyerovy baňky. Do baňky vložte magnetické míchadlo, případně varný kamínek.
- 3) Do baňky přidejte 20 ml 5% roztoku Na_2CO_3 . Baňku umístěte na magnetickou míchačku, zapněte míchání (na rozumnou míru) a ohřívání (maximální výkon). Směs uveďte k varu, nechte vařit alespoň 5 minut.
- 4) Směs v baňce nechte chladit v misce se studenou vodou a ledem.
- 5) Připravte si aparaturu na filtraci za sníženého tlaku. Filtrační papír v Büchnerově nálevce navlhčete vodou.
- 6) Po vychladnutí baňky směs přefiltrujte. Baňku vypláchněte asi 5 ml vody pomocí kapátka.
- 7) Pevný podíl spolu s filtračním papírem vyhodte.
- 8) Filtrát přelijte do dělicí nálevky. Pomocí kapátka přídávejte do dělicí nálevky 10% HCl tak dlouho, dokud směs nepřestane pění. Poté zkontrolujte pomocí skleněné tyčinky a pH papírku, jestli je roztok silně kyselý. Pokud není, přidejte další HCl a znovu zkontrolujte pH.
- 9) Do dělicí nálevky přidejte 10 ml nasyceného roztoku NaCl .
- 10) Směs v dělicí nálevce extrahujte 10 ml ethyl-acetátu; po přidání organického rozpouštědla směs pořádně protřepejte (aspoň 1 minuta intenzivního třepání). Nezapomínejte upouštět přetlak.
- 11) Nechte směs řádně rozdělit. Vodnou fázi odpusťte do kádinky, organickou vrstvu vylijte hrdlem dělicí nálevky do 50ml Erlenmeyerovy baňky a baňku uzavřete zátkou.
- 12) Vodnou fázi vraťte do dělicí nálevky a extrakci 10 ml ethyl-acetátu ještě jednou zopakujte. Organické extrakty spojte. Vodnou fázi můžete vylít do výlevky.
- 13) Protože je v ethyl-acetátu rozpuštěné docela velké množství vody, je třeba se jej pomocí sušidla před další prací zbavit. K roztoku v Erlenmeyerově baňce přidejte lžičku sušidla – bezvodého síranu sodného. Baňku uzavřete a obsah kroužením promíchejte. Směs nechte chvíli ustát, mezitím si připravte aparaturu na gravitační filtraci.



- 14) Do filtrační nálevky si připravte skládaný filtr. Vše musí být dokonale suché, filtrační papír nenamáčejte.
- 15) Směs přefiltrujte do čisté 50ml Erlenmeyerovy baňky, sušidlo na filtru promyjte pomocí kapátka 2 ml čistého ethyl-acetátu.
- 16) Filtrační papír se sušidlem odevzdejte doзору k likvidaci.
- 17) Z baňky s filtrátem odeberte asi 0,5 ml roztoku do plastové mikro zkumavky označené číslem 2. Baňku uzavřete a označte vaším startovním číslem. Nechte ji na stole na kontrolu.

2. Analýza produktů pomocí TLC

Nyní je čas zjistit, zda je váš produkty dostatečně kvalitní a čistý. Na to se bude hodit tenkovrstvá chromatografie.

- 1) Připravte si 100ml kádinku. Do kádinky nalijte ethyl-acetát tak, aby tvořil vrstvu vysokou asi 3 mm. Kádinku přiklopte hodinovým sklem a nechte alespoň 5 minut stát, aby se prostor nad hladinou nasýtil parami ethyl-acetátu. Mezitím si připravte TLC destičku.
- 2) Připravte si plastové mikrozkušavky se vzorky. Do první mikrozkušavky přilijte asi 0,5 ml ethyl-acetátu a zkumavkou zamíchejte, abyste vzorek rozpustili. (Pokud se prášek nerozpustí úplně, tableta obsahovala nerozpustná plniva).
- 3) Připravte si TLC destičku, na startovní čáru vyznačte dvě pozice, označte si je 1 a 2. Pomocí dvou různých kapilár naneste na startovní pozice malé kapky odpovídajících roztoků. Nanesené vzorky nechte zaschnout a zkontrolujte si pod UV lampou, že jste na destičku dali vhodné množství vzorku – viditelné, ale ne moc velké. Použité kapiláry vyhodte do koše na sklo.
- 4) Pomocí pinzety vložte TLC destičku do kádinky s ethyl-acetátem, uzavřete hodinovým sklíčkem a počkejte, až mobilní fáze vystoupá kousek (cca 5 mm) pod horní okraj.
- 5) Vyndejte TLC destičku z kádinky, ihned si tužkou vyznačte pozici čela mobilní fáze.
- 6) TLC destičku nechte uschnout, pozorujte pod UV zářením o vlnové délce 254 nm a tužkou vyznačte viditelné skvrny.
- 7) Pomocí pravítka změřte vzdálenost jednotlivých skvrn od startu a vzdálenost čela od startu, hodnoty zapište do pracovního listu. Data vyhodnoťte.
- 8) TLC destičku označte z druhé (kovové) strany pomocí lihového popisovače svým startovním číslem a nechte ji v Petriho misce na pracovním stole.

Otázky

- 1) Vysvětlíte, proč vodná fáze bublá po přidavku HCl. Vyjádřete tento děj chemickou rovnicí (počítejte s produkty reakce ve výrazně kyselém roztoku).
- 2) Analyzujte TLC, vypočítejte retenční faktor jednotlivých skvrn na TLC.
- 3) Určete, zda jste při extrakci získali čistou látku. Určete, zda je to to očekávaný produkt (kyselina acetylsalicylová).
- 4) Pomocí chemických rovnic popište, co se s kyselinou acetylsalicylovou děje v jednotlivých krocích preparace (celkem 2 rovnice).
- 5) Produktem extrakce není čistá krystalická látka, ale její roztok v ethyl-acetátu. Navrhněte, jak byste z této směsi získali produkt ve formě čisté látky?
- 6) Při TLC analýze dvou neznámých látek má první z nich $R_f = 0,25$ a druhá $R_f = 0,75$. Určete, která z nich je polárnější. Stručně vysvětlíte proč.
- 7) U dvojic látek v pracovním listu označte, která z látek je polárnější.



Úloha 2 Stanovení kyseliny askorbové v tabletě

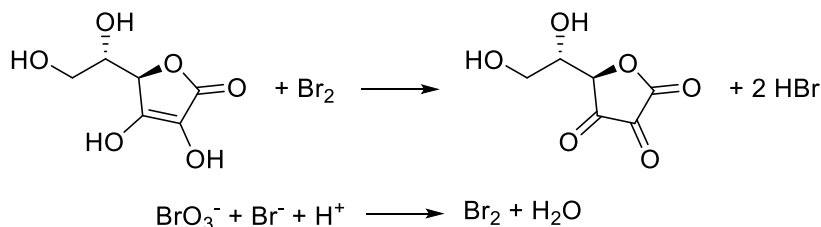
17 bodů

Běžnou prací v chemické laboratoři jsou kvantitativní analýzy. Aneb tady máte vzorek a zjistěte mi, kolik je tam dané látky. V chemické olympiádě se běžně tyto analýzy zjednodušují tak, že kromě analytu dostáváte i přesný popis, připravené roztoky a umyté nádoby. Vzorek podle návodu ztitrujete, poté provedete pár výpočtů a je hotovo.

Ale letos jsme se to rozhodli změnit. Nejen, že si budete muset připravit roztok vzorku, ale i roztok odměrného činidla. A stejně jako v běžné laboratorní praxi budete muset začít počítáním...

Vaším úkolem je stanovit obsah kyseliny askorbové (vitamín C) v komerčně dostupném produktu. Na obalu jste se dočetli, že 1 tableta má obsahovat 500 mg vitamínu C, ale věřte tomu, co výrobce na obalu tvrdí. Navíc, kdo ví, jak dlouho se přípravek válel ve skladu; je možné, že se část kyseliny askorbové už dávno zoxidovala.

Pro stanovení vitamínu C je vhodnou metodou bromatometrie – kyselina askorbová se oxidaže elementárním bromem, který se *in situ* generuje v roztoku z bromidu a bromičnanu:



Bod ekvivalence se indikuje změnou zabarvení indikátoru methylové oranži, který se odbarví. Velkou výhodou KBrO_3 je, že se jedná o primární standard, z přesné navážky můžete vypočítat přesnou koncentraci vzniklého odměrného roztoku. Roztok tedy není potřeba složitě standardizovat.

Pomůcky

- laboratorní stojan (společný s 1. úlohou) s držákem byret
- 25ml byreta
- 250ml titrační baňka
- třecí miska s tloučkem
- 2 malé nálevky
- 400ml kádinka na odpad
- 3× 100ml kádinka
- 2× 100ml odměrná baňka se zátkou
- 2× kapátko nebo Pasteurova pipeta
- 20ml pipeta nedělená
- 2× 10ml odměrný válec
- kopistka
- stříčka s destilovanou vodou (společná s 1. úlohou)
- lihový popisovač
- papírové utěrky
- pipetovací balónek

Chemikálie

- tableta celaskonu
- 0,1% roztok methylové oranži v destilované vodě (5 ml)
- KBrO_3 na vyžádání přesně navážené množství
- HCl (1:1) (50 ml)
- 2% roztok KBr (25 ml)



Úkol

- 1) Vypočtete navážku KBrO_3 potřebnou k přípravě odměrného roztoku
- 2) Připravte odměrný roztok KBrO_3
- 3) Připravte roztok vitamínu C
- 4) Stanovte obsah vitamínu C v tabletě
- 5) Odpovězte na otázky v pracovním listu

Pracovní postup

1. Příprava odměrného roztoku KBrO_3

- 1) Nejprve si budete muset připravit odměrný roztok KBrO_3 o takové koncentraci, aby při titraci vycházela spotřeba odměrného roztoku někde mezi 10 a 15 ml (abyste pracovali uprostřed rozsahu byrety). Počítejte s tím, že v tabletě má být asi 500 mg kyseliny askorbové. Kyselinu askorbovou rozpustíte ve 100 ml vody a budete titrovat 20 ml vzniklého roztoku. Budete potřebovat celkem 100 ml odměrného roztoku KBrO_3 .
- 2) Jakmile budete mít výsledek, požádejte dozor o předem navážený KBrO_3 . Pokud jste počítali dobře, dostanete množství KBrO_3 , které se bude blížit požadovanému množství – pracujte dále s navážkou, která je napsána na nádobce, kterou jste dostali. Pokud jste počítali špatně, dostanete správnou navážku, pracujte dále s navážkou uvedenou na nádobce. Přicházíte ale o body za výpočet.
- 3) Navážku KBrO_3 pomocí nálevky a stříčky s destilovanou vodou kvantitativně převedte do 100ml odměrné baňky.
- 4) Pevnou látku rozpustíte v menším množství destilované vody, po dokonalém rozpuštění doplňte roztok po rysku. Baňku uzavřete, roztok promíchejte. Pokud se vám nepodaří roztok připravit napoprvé, můžete si od dozoru vyžádat ještě jednu navážku KBrO_3 , přijdete ale o část bodů za přípravu roztoku.
- 5) Vypočtete přesnou molární koncentraci vámi připraveného odměrného roztoku.

2. Příprava roztoku analytu

- 6) Tabletu celaskonu rozetřete v čisté suché třecí misce na jemný prášek. Prášek kvantitativně převedte pomocí stříčky s destilovanou vodou a nálevky do druhé 100ml odměrné baňky.
- 7) Do baňky přilijte asi 25ml destilované vody, baňku uzavřete zátkou a důkladně promíchejte kroužením. V tabletě jsou přítomny i nerozpustné přídatné látky, nedojde k rozpuštění veškerého pevného podílu.
- 8) Pomocí kapátka doplňte baňku se vzorkem po rysku, uzavřete a promíchejte. (Pokud si z nějakého důvodu myslíte, že se vám nepodařilo roztok správně připravit, můžete dozor požádat o náhradní tabletu. Druhá tableta je „zdarma“, třetí by vás ale stála 2 body.)

3. Stanovení vitamínu C


- 9) Byretu naplňte odměrným roztokem KBrO_3 .
- 10) Do titrační baňky odpipetujte nedělenou pipetou 20 ml roztoku vzorku vitamínu C.
- 11) Pomocí dvou různých odměrných válců přidejte do titrační baňky 10 ml roztoku HCl (1:1) a 5 ml 2% roztoku KBr . Kapátkem přidejte 2 kapky roztoku methylové oranž.
- 12) Směs titrujte odměrným roztokem KBrO_3 dokud právě nezmizí oranžovo-červené zbarvení. Pozor, reakce indikátoru s titračním činidlem je poměrně pomalá a navíc nevratná, je třeba titrovat (obzvláště ke konci titrace) po jednotlivých kapkách, aby nedošlo v lokálním přebytku titračního činidla k předčasnému odbarvení indikátoru, nebo naopak k přetitrování vlivem malé rychlosti indikační reakce.
- 13) Stanovení proveďte alespoň 3×, pokud se jedna hodnota výrazně liší od ostatních, proveďte ještě čtvrtou titraci.
- 14) Vypočtete hmotnost kyseliny askorbové v jedné tabletě přípravku.

PRACOVNÍ LIST**40 BODŮ****Úloha 1 Hrátky s acylpyrinem****23 bodů**

- 1) Vysvětlete, proč vodná fáze bublá po přidavku HCl. Vyjádřete tento děj chemickou rovnicí (počítejte s produkty reakce ve výrazně kyselém roztoku).

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

- 2) Analyzujte TLC, vypočtěte retenční faktor jednotlivých skvrn na TLC.

	body:
Vzdálenost čela od startu:	
Vzdálenosti a retenční faktory jednotlivých skvrn:	
	body:

--

- 3) Určete, zda jste při extrakci získali čistou látku. Určete, zda je to očekávaný produkt (kyselina acetylsalicylová).

Čistá látka: ANO – NE	Očekávaný produkt: ANO – NE	
		<i>body:</i>

- 4) Pomocí chemických rovnic popište, co se s kyselinou acetylsalicylovou děje v jednotlivých krocích preparace (celkem 2 rovnice).

	<i>body:</i>

- 5) Produktem extrakce není čistá krystalická látka, ale její roztok v ethyl-acetátu. Navrhněte, jak byste z této směsi získali produkt ve formě čisté látky.

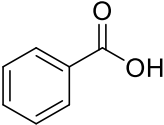
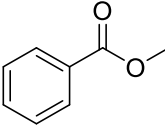
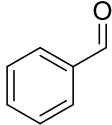
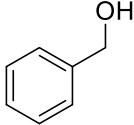


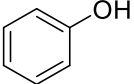
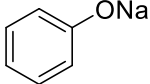
	<i>body:</i>

- 6) Při TLC analýze dvou neznámých látek má první z nich $R_f = 0,25$ a druhá $R_f = 0,75$. Určete, která z nich je polárnější. Stručně vysvětlete proč.

	<i>body:</i>



7) U následujících dvojic látek označte, která z látek je polárnější.

			
			
body:			

8) Bodování kvality produktů

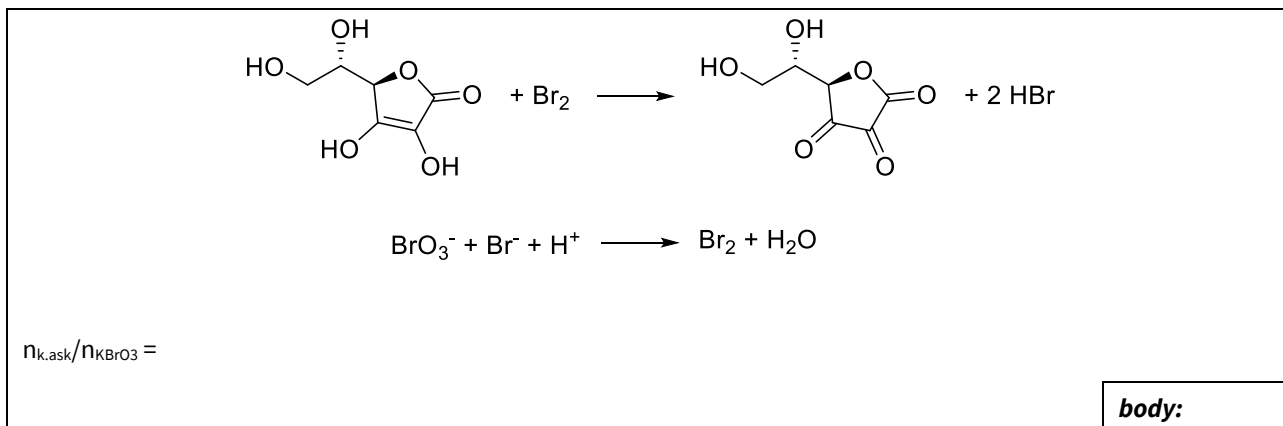
Produkty extrakce jsou – nejsou v požadované kvalitě (řádek je určen pro udělení bodů vedoucím praktické části)
body:



Úloha 2 Stanovení kyseliny askorbové v tabletě

17 bodů

- 1) Vyčíslete reakci bromičnanu s bromidem a určete, v jakém poměru budou látková množství kyseliny askorbové a bromičnanu v bodě ekvivalence.



- 2) Výpočet potřebného množství KBrO_3 pro přípravu odměrného roztoku:

$M_r(\text{KBrO}_3) = 167,00$
 $M_r(\text{vit. C}) = 176,12$

Vypočtená navážka KBrO_3 : _____ mg Obdržená navážka: _____ mg

Vypočtená navážka byla správná ANO/NE (vyplní dozor)

body:

- 3) Výpočet molární koncentrace připraveného roztoku KBrO_3 :

koncentrace roztoku KBrO_3 : _____ (nezapomeňte na jednotky)

body:

--

4) Spotřeby odměrného roztoku KBrO_3 :

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

<i>body:</i>

5) Výpočet hmotnosti vitamínu C v jedné tabletě:

Hmotnost vitamínu C v tabletě: _____ mg	<i>body:</i>