



VŠCHT PRAHA

Ústřední komise
Chemické olympiády

Soutěžní číslo:



63. ROČNÍK

2026/2027

ŠKOLNÍ KOLO

KATEGORIE E

PRAKTICKÁ ČÁST

ZADÁNÍ

40 BODŮ

VZOREČKOVNÍK

Látkové množství $n = \frac{m}{M} \quad n = \frac{V}{V_m}$	Hustota $\rho = \frac{m}{V}$
Stavová rovnice ideálního plynu $pV = nRT$	Molární / hmotnostní koncentrace $c = \frac{n}{V} \quad c_m = \frac{m}{V}$
Disociační konstanta kyseliny / báze $K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]} \quad K_b = \frac{[\text{BH}^+][\text{OH}^-]}{[\text{B}]}$	Součin rozpustnosti $K_s = [\text{A}^{z+}]^a [\text{B}^{y+}]^b$
Rovnice přímky $y = kx + q$	Bougerův-Lambertův-Beerův zákon $A_\lambda = \epsilon_\lambda \cdot \ell \cdot c$
Aditivita absorbance $A_{\text{total}}(\lambda) = \sum_i A_i(\lambda)$	Definice pH $\text{pH} = -\log[\text{H}_3\text{O}^+]$

VYBRANÉ KONSTANTY A PŘEVODNÍ VZTAHY

Avogadrova konstanta $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$	Boltzmannova konstanta $k_B = 1,3806 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$
Atomová hmotnostní konstanta $m_u = 1 \text{ amu} = 1,6605 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$	Elektronvolt $1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$
Faradayova konstanta $F = 96485 \text{ C mol}^{-1}$	Planckova konstanta $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Rychlost světla ve vakuu $c = 299\,792\,458 \text{ m s}^{-1}$	Molární plynová konstanta $R = 8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$
Termodynamická teplota $0^\circ\text{C} = 273,15 \text{ K}$	Atmosférický tlak $p_{\text{atm}} = 101\,325 \text{ Pa} = 1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr}$
Standardní tlak $p^\circ = 100\,000 \text{ Pa} = 1 \text{ bar}$	Standardní teplota $T^\circ = 298,15 \text{ K}$
Standardní koncentrace $c^\circ = 1 \text{ mol dm}^{-3}$	

ZADÁNÍ

40 bodů

Autor

Radek Matuška*Střední průmyslová škola chemická a gymnázium Brno, Vranovská,
příspěvková organizace*

Odborná recenze

Erik Kalla*Střední průmyslová škola chemická a gymnázium Brno, Vranovská,
příspěvková organizace*

Pedagogická recenze

Valerie Richterová*Gymnázium Tišnov, příspěvková organizace*

Milé soutěžící, milí soutěžící,

praktická část 63. ročníku Chemické olympiády kategorie E se bude zabývat dvěma tématy – v rámci syntetické části budete syntetizovat a purifikovat vybrané heterocyklické sloučeniny dusíku a síry; v rámci analytické části budete provádět analýzu vybraných kovů a slitin, které mají technologický význam.

Heterocyklické sloučeniny tvoří jeden ze základních pilířů moderní organické chemie s přemostěním do biochemie a farmaceutické chemie. Přítomnost heteroatomu v cyklu zásadně mění elektronovou strukturu molekuly a otevírá široké spektrum reaktivit a interakcí, které jsou u čistě karbocyklických systémů často nedostupné. Obzvláště významné jsou heterocykly obsahující atomy síry a dusíku – prvky s odlišnou elektronegativitou, velikostí i schopností stabilizovat elektronový pár. Díky tomu vykazují tyto systémy unikátní acidobazické vlastnosti, výraznou chelatační schopnost a často také biologickou aktivitu.

Kovy a jejich slitiny představují základní materiálovou platformu moderní civilizace. Jejich mechanické, elektrochemické i fyzikální vlastnosti jsou přímo svázány s chemickým složením a mikrostrukturou – drobné změny v procentuálním zastoupení jednotlivých prvků či příměsí mohou vést k dramatickým rozdílům v pevnosti, odolnosti vůči korozi či vodivosti. Analytická chemie tak hraje klíčovou roli nejen při výzkumu nových materiálů, ale také v průmyslové kontrole kvality, forenzní analýze či environmentálním monitoringu.

Z hlediska praktického konání v laboratoři byste měli při přípravě věnovat zvýšenou pozornost následujícím aspektům základní laboratorní techniky:

- Správná laboratorní technika provádění běžných operací (vážení, měření objemů, zahřívání, filtrace, destilace, triturace, příprava a ředění vzorků, sušení, extrakce na mezifází v dělicí nálevce, apod.).
- Provedení purifikace pevných látek, zejména rekrystalizace, a to jak z netěkavých, tak těkavých solventů.
- Běžné laboratorní výpočty (ředění roztoků, výtěžky reakcí, vyhodnocení titrací a další stechiometrické výpočty).
- Techniky charakterizace pevných produktů syntéz (stanovení bodu tání a chromatografii na tenké vrstvě).
- Správné techniky provedení titrací s vizuálním i instrumentálním způsobem indikace bodu ekvivalence (u instrumentálního se zaměřte zejména na elektrochemické způsoby indikace bodu ekvivalence se zvláštním důrazem na potenciometrické, resp. pH-indikace a konduktometrické indikace).
- Spektrofotometrická stanovení single i multikomponentních směsí ve viditelné oblasti spektra metodou kalibrační přímky, správná příprava kalibračních roztoků a správná technika měření na spektrofotometru.
- Laboratorní technika práce s malými objemy reagentů a s vysoce dráždivými reagenty (tj. např. práce s injekčními stříkačkami pro dávkování reagentů, apod.).

Ze specifických tematických celků doporučujeme prostudovat zejména následující kapitoly:

- Syntetická chemie zahrnující syntézy dusíkatých a sirných heterocyklů se zaměřením na derivatizované dihydropyridiny, pyridiny, thiazoliny a chinoxaliny.
- Oxidace a redukce v chemii heterocyklů.
- Techniky syntézy heterocyklů v roztocích a v pevné fázi.
- Převod kovů a slitin do roztoků, zejména pak jejich rozpouštění v koncentrované kyselině chlorovodíkové a dusičné.
- Vybrané volumetrické metody stanovení látek s vizuální indikací bodu ekvivalence – zejména acidobazické a chelatometrické titrace.
- Pozornost věnujte i správnému provedení a vyhodnocení zpětných a nepřímých stanovení analytů s využitím výše popsaných volumetrických metod.
- Instrumentální metody stanovení bodu ekvivalence vybraných titrací zejm. se zaměřením na potenciometrické vyhodnocení bodu ekvivalence (vyhodnocení pomocí sestavení 1. a 2. derivace titrační křivky).
- Provedení a vyhodnocení přímých spektrofotometrických stanovení single a multikomponentních směsí, konstrukce kalibrační přímky včetně správného provedení lineární regrese, vyhodnocení rovnice regrese a stanovení koeficientu determinace.

Přejeme vám nejen při řešení ale i při přípravě na letošní ročník Chemické olympiády hodně zdaru, spoustu příjemných zážitků v laboratoři a správnou dávku podobně praštěných lidí, kteří sdílí vaše nadšení pro chemii.

Autoři a recenzenti

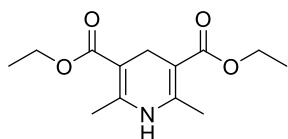
DOPORUČENÁ LITERATURA

- 1) Příhoda J., Černík M., Janků S., Literák J.: Laboratorní technika. PŘF MU, 2012. Zejména kapitoly týkající se základní laboratorní techniky. Dostupné online:
https://is.muni.cz/el/sci/jaro2012/C1100k/um/Laboratorni_technika-ucebni_text.pdf
- 2) Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R.: Analytická chemie. VŠCHT Praha, 2019. Kapitoly 1, 2, 4, 13, 14, 15, 16, 17, 18.4.1, 20, 21.8, 24 a 26.
- 3) Holzbecher Z. a kol.: Analytická chemie. SNTL/Alfa, 1974. Str. 299-335.
- 4) Klouda P.: Moderní analytické metody. Nakladatelství Pavko, 2016, dotisk 2020. Kapitoly 16, 21, 22 a 25.
- 5) Bartoš M., Šrámková J.: Analytická chemie I. Univerzita Pardubice, 2004. Dostupné online:
<https://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf>
- 6) Afonso C. A. M. et al.: Comprehensive Organic Chemistry Experiments for the Laboratory Classroom. Royal Society of Chemistry, 2016.
- 7) Furniss B. S., Hannaford A. J., Smith P. W. G., Tatchell A. R.: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry. Longman Scientific & Technical, London, 1989.
- 8) Jeffery G. H., Bassett J., Mendham J., Denney R. C.: Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis, Longman Scientific & Technical, London, 1989.
- 9) Kapitoly v jiných středoškolských učebnicích, odpovídající tématům ročníku.
- 10) Vhodným pomocníkem při přípravě mohou být i některé důvěryhodné webové stránky (např. materiály z vysokých škol).

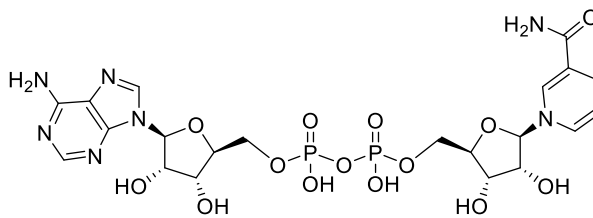
Úloha 1 Hantzschův ester

14 bodů

Hantzschův ester (diethyl-1,4-dihydro-2,6-dimethylpyridin-3,5-dikarboxylát, diludin, $C_{13}H_{19}NO_4$, $M = 253,30 \text{ g mol}^{-1}$) je typickým zástupcem 1,4-dihydropyridinů. Jedná se o syntetický analog známého koenzymu oxidoreduktas NADH (redukováný nikotinamidadenindinukleotid).



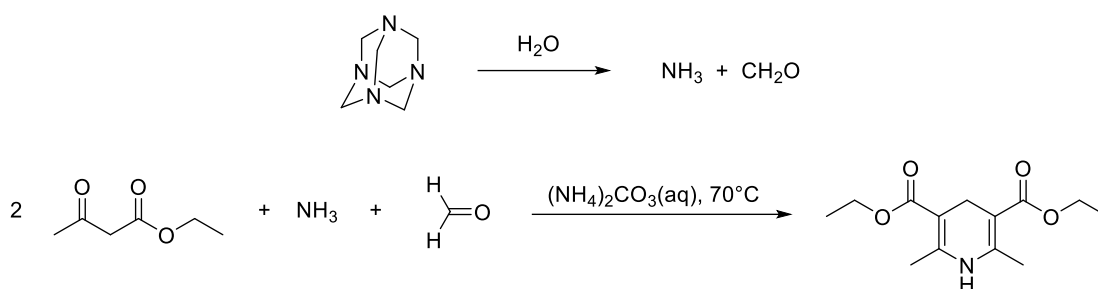
Hantzschův ester



NADH

Deriváty 1,4-dihydropyridinu jsou mj. součástí řady bioaktivních molekul včetně látek s cytostatickými, antimutagenními a antidiabetickými účinky. V poslední době rovněž nachází uplatnění v moderní organické syntéze, protože slouží jako alternativní zdroje vodíku pro redukce $C=C$, $C=N$ a $C=O$ vazeb bez účasti nákladných katalyzátorů.

V úvodu zmíněný ester připravil poprvé Arthur Rudolf Hantzsch v roce 1881 kondenzací amoniaku, ethyl-acetoacetátu a formaldehydu (srov. Hantzsch, A.: *Condensationprodukte aus Aldehydammoniak und Ketonartigen Verbindungen*. Chemische Berichte. 1881. **14** (2): 1637–8.). Vhodnější se jeví syntéza s využitím hexamethylentetraminu (urotropinu), který hydrolyzou poskytuje formaldehyd a amoniak. Ty pak v *one-pot* reakci reagují se ethyl-acetoacetátem za vzniku požadovaného Hantzschova esteru:



V následující úloze provedete:

- Syntézu Hantzschova esteru *one-pot* reakcí z urotropinu a ethyl-acetoacetátu.
- Rekrystalizaci vzniklého produktu za účelem jeho purifikace.
- Charakterizaci produktu pomocí měření bodu tání (lit. 183°C) a provedení TLC chromatografie.

POMŮCKY

- baňka s kulatým dnem 250 ml NZ 29/32 se zátkou
- magnetická míchačka s ohřevem
- magnetické míchadlo
- zvedáček
- skleněná miska na vodní lázeň
- chladič Liebigův NZ 29/32 s hadicemi
- lžička (2×)
- skleněná tyčinka
- držák NZ 29/32 (3×)
- křížová svorka (3×)
- stojan (2×)
- nůžky
- tužka
- plastová miska na chlazení
- zdroj ledu
- předvážky $\pm 0,01$ g
- TLC destičky s UV indikátorem 254 nm
- pinzeta
- kapiláry pro nanášení vzorků na TLC
- hodinové sklo na přikrytí kádinky 250 ml
- stříčka s destilovanou vodou
- korkový podstavec pod baňku 250 ml
- navažovací lodička
- kádinka 50 ml (2×)
- kádinka 100 ml (2×)
- kádinka 250 ml (2×)
- Erlenmeyerova baňka 100 ml
- malá nálevka
- odměrný válec 100 ml
- odměrný válec 10 ml
- injekční stříkačka 3 ml s jehlou
- odsávací baňka s těsněním
- Büchnerova nálevka
- filtrační papír
- teploměr nebo teplotní sonda
- zdroj vakua
- sušárna na chemikálie
- aparatura pro stanovení bodu tání
- UV lampa pro vyhodnocení TLC
- špachtle
- malá zkumavka nebo Eppendorfk (4×)
- násypka
- stříčka s ethanolem
- stojan na zkumavky/Eppendorfky

CHEMIKÁLIE

- ethyl-acetoacetát $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, č. ($M = 130,14 \text{ g mol}^{-1}$, $\rho = 1,03 \text{ g cm}^{-3}$)
- urotropin $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$, č. ($M = 140,19 \text{ g mol}^{-1}$)
- uhličitán amonný $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, č.
- ethanol $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, techn.
- mobilní fáze pro TLC: hexan – ethyl-acetát (2:1 obj.)
- aceton $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$, č.

Chemikálie	H-věty
ethyl-acetoacetát	H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
urotropin	H228 Hořlavá tuhá látka.
uhličitan amonný	H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.
ethanol	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.
ethyl-acetát	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.
hexan	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry H304 Při požití a vniknutí do dýchacích cest může způsobit smrt. H315 Dráždí kůži. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. H361f Podezření na poškození reprodukční schopnosti. H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici. H411 Toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
aceton	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.

PRACOVNÍ POSTUP

Syntéza a purifikace Hantzschova esteru

- Do baňky s kulatým dnem o objemu 250 ml s NZ 29/32 opatřené magnetickým míchadlem odměřte injekční stříkačkou 2,5 ml ethyl-acetoacetátu a 100 ml destilované vody.
- Přidejte 2,00 g práškového uhličitanu amonného a míchejte směs na magnetické míchačce, dokud nedojde k rozpuštění veškeré pevné látky.
- Následně do baňky přidejte 14,00 g urotropinu a baňku opatřete zpětným chladičem.
- Reakční směs zahřívejte na vodní lázni temperované na 70 °C po dobu 60 minut.
- Po ukončení předepsané doby zahřívání baňku sejměte z vodní lázně a obsah zchladte na laboratorní teplotu. Následně reakční směs dochladte v ledové lázni.
- Vyloučený produkt izolujte filtrací za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce a surový produkt promyjte 1× 10 ml ledové destilované vody.
- Produkt na filtru ponechte prosávat vzduchem nejméně 15 minut, aby došlo k jeho předsušení. Malé množství předsušeného produktu si odeberte do malé zkumavky jako vzorek pro TLC.
- Surový produkt rekrystalizujte z minimálního množství technického ethanolu jako rozpouštědla. K rekrystalizaci z ethanolu můžete využít malou Erlenmeyerovu baňku s malou nálevkou jako improvizovaný chladič.
- Rekrystalizovaný produkt izolujte filtrací za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce a produkt na filtru promyjte malým množstvím (max. 5 ml) ledově nachlazeného ethanolu. Filtrační koláč ponechte prosávat vzduchem nejméně 10 minut a následně produkt vysušte v sušárně při 100 °C po dobu 20 minut.
- Produkt zvažte a stanovte jeho výtěžek.
- Malé množství rekrystalizovaného produktu odeberte do malé zkumavky pro TLC analýzu. Zbytek produktu shromážděte ve speciální zásobní lahvi.
- Veškeré odpady můžete po dostatečném naředění likvidovat do výlevky.

Charakterizace produktu

- Na vhodné aparatuře stanovte bod tání (interval teplot tání) rekrystalizovaného produktu.
- Se surovým a izolovaným produktem proveďte TLC analýzu oproti ethyl-acetoacetátu a urotropinu jako výchozím látkám (rozpouštědlo: aceton, mobilní fáze hexan – ethyl-acetát 2:1 obj.).
- TLC vyhodnoťte, označte jej svým startovním číslem a odevzdejte jej laboratornímu dozoru.
- Odpady z TLC likvidujte do speciální láhve na nehalogenovaný odpad.

VYHODNOCENÍ A OTÁZKY

(vypracujte do pracovního listu)

- 1) **Zapište přesné navážky a objemy výchozích látek.**
- 2) **Vyčíslete chemickou rovnici hydrolýzy urotropinu na amoniak a formaldehyd.**
- 3) **Vypočítejte teoretický výtěžek produktu (nezapomeňte na kontrolu limitujícího reaktantu).**
- 4) **Uveďte vzhled a vlastnosti (skupenství, barva, zápach) surového i rekrystalizovaného produktu.**
- 5) **Uveďte praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek čistého rekrystalizovaného produktu.**
- 6) **Vyhodnoťte TLC chromatogram – uveďte počty skvrn a jejich retenční faktory pro jednotlivé vzorky na chromatogramu. Na základě TLC se vyjádřete k čistotě rekrystalizovaného produktu.**
- 7) **Uveďte interval bodu tání produktu.**
- 8) **Ve struktuře NADH vyznačte 1,4-dihydropyridinový motiv.**
- 9) **Schématem popište jednoelektronovou oxidaci Hantzschova esteru v kyselém prostředí.**
- 10) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečnost práce v laboratoři.**

Úloha 2 Analýza vodiče H07V-U CY**26 bodů**

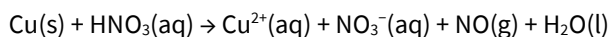
Vodič H07V-U CY je harmonizovaný jednožilový měděný vodič určený pro pevné elektrické instalace, u nichž je kladen důraz na omezení elektromagnetického rušení. Označení H07V-U CY vyjadřuje, že se jedná o kabel podle harmonizovaných norem (H), s jmenovitým napětím 450/750 V (07), s izolací z PVC (V), s plným tuhým měděným jádrem třídy 1 (U) a s opleteným měděným stíněním (CY).



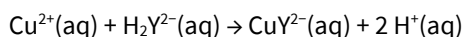
Obrázek 1: Jednožilové vodiče typu H07V-U CY

Jádro vodiče je tvořeno plnou mědí ($M = 63,55 \text{ g mol}^{-1}$), která zajišťuje nízký elektrický odpor a dobrou mechanickou pevnost. Na měděné jádro navazuje izolace z polyvinylchloridu, která poskytuje elektrickou izolaci, základní mechanickou ochranu a je dostupná v různých barevných provedeních dle funkce vodiče.

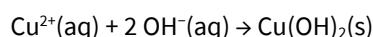
Vzhledem k přísným požadavkům na složení jádra vodiče je potřeba jeho jakost pravidelně kontrolovat. Vzhledem k tomu, že obsahuje čistou měď, existuje velmi variabilní možnost kontroly kvality po převedení mědi do roztoku jejím rozpouštěním v koncentrované kyselině dusičné, které popisuje (nevyčíslená) chemická rovnice:



Chelatometrické stanovení mědi v roztoku je jednoduché a je možné jej přímo realizovat titrací odměrným roztokem Chelatonu 3 na indikátor murexid:

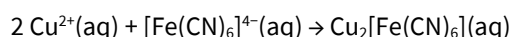


S výhodou je ale možné využít i srážecí acidobazické titrace, při které se vzorek měďnatých iontů ponechá srážet hydroxidem sodným, což vede ke skokové změně pH i vodivosti v bodě ekvivalence, čehož lze využít při konduktometrické a potenciometrické indikaci bodu ekvivalence:



V rámci acidobazického stanovení je třeba dbát na to, že v roztoku vzorku je přítomna zbytková silná kyselina z rozkladu vzorku, která se alkalimetricky titruje jako první, a proto objem silné báze, která titruje přítomné měďnaté ionty se odečítá až v rámci druhého bodu ekvivalence na obou titračních křivkách.

Spektrofotometrické stanovení měďnatých kationtů v silném zředění je možné provést prostřednictvím reakce s hexakyanoželeznatanem za vzniku tzv. Hatchetty hnědi, jejíž intenzitu zabarvení měříme:



V následující úloze provedete:

- Přípravu vzorku vodiče H07V-U CY jeho rozpuštěním v koncentrované kyselině dusičné.
- Chelatometrické stanovení měďnatých iontů s vizuální indikací bodu ekvivalence na indikátor murexid.
- Alkalimetrické stanovení měďnatých iontů s konduktometrickou a potenciometrickou indikací bodu ekvivalence.
- Spektrofotometrické stanovení měďnatých iontů metodou kalibrační přímky prostřednictvím Hatchetty hnědi.

POMŮCKY

- kombinované kleště
- nůž
- kádinka 50 ml (2×)
- kádinka 100 ml (2×)
- kádinka 150 ml (3×)
- kádinka 250 ml (2×)
- kádinka 400 ml
- kádinka 600 ml
- špachtle (2×)
- tužka
- hladká nálevka
- byreta 25 ml s teflonovým kohoutem
- odměrná baňka 200 ml se zátkou
- pipeta nedělená 20 ml
- pipeta dělená 20 ml
- pipeta dělená 5 ml
- odměrný válec 10 ml
- plastové kapátko (2×)
- spektrofotometr s kyvetami
- notebook s tabulkovým procesorem
- filtrační kruh
- nůžky
- pinzeta
- lžička (2×)
- magnetická míchačka
- magnetické míchadlo
- stojan
- držák na byretu
- držák na elektrody/vodivostní sondy
- křížová svorka (3×)
- filtrační papír
- malá nálevka do byrety
- titrační baňka 250 ml (3×)
- odměrná baňka 100 ml se zátkou
- pipeta nedělená 10 ml
- pipeta dělená 10 ml
- pipetovací balonek
- odměrný válec 100 ml
- multimetr s pH-elektrodou
- multimetr s vodivostní sondou
- odměrná baňka 50 ml se zátkou (8×)

CHEMIKÁLIE

- vzorek vodiče H07V-U CY
- kyselina dusičná HNO_3 konc., p. a.
- Chelaton 3 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 0,05M odměrný roztok (přesná koncentrace bude sdělena organizátory)
- hydroxid sodný NaOH , 0,10M odměrný roztok (přesná koncentrace bude sdělena organizátory)
- amoniak NH_3 , cca 1M vodný roztok
- indikátor murexid, 1:100 s KNO_3
- standardní roztok trihydrátu dusičnanu měďnatého $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, který obsahuje měďnaté ionty o hmotnostní koncentraci 500 mg dm^{-3}
- hexakyanidoželeznatan draselný trihydrát $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 1,0% vodný roztok

Chemikálie	H-věty
měď drát	-
kyselina dusičná konc.	H272 Může zesílit požár; oxidant. H290 Může být korozivní pro kovy. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí. H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.
Chelaton 3, 0,05M	H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
hydroxid sodný 0,10M	H315 Dráždí kůži. H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
amoniak, 1,0M	H315 Dráždí kůži. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.
murexid	H302 Zdraví škodlivý při požití. H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
dusičnan draselný	H272 Může zesílit požár; oxidant.
dusičnan měďnatý	H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H410 Vysoce toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
hexakyanidoželeznatan draselný	-

PRACOVNÍ POSTUP

Příprava vzorku

- Vzhledem k času je nanejvýš vhodné započít praktickou část přípravou tohoto vzorku, a to ještě před samotným provedením syntézy!
- Pomocí kombinovaných kleští, nože a pinzety odizolujte cca 2 cm měděného vodiče.
- Ucvakněte si přesně přibližně 0,64 g jádra vodiče, zaznamenejte jeho hmotnost na analytických vahách a transportujte jej do 100ml kádinky opatřené magnetickým míchadlem.
- Kádinku umístěte na magnetickou míchačku (Pracujte pod odtahem nebo v digestoři!) a do kádinky přidejte 8–10 ml koncentrované kyseliny dusičné.
- Za stálého míchání ponechte vzorek v kádince rozpustit a roztok míchejte tak dlouho, dokud nedochází k úniku nitrosních plynů.
- Vzorek v kádince naředte 20 ml destilované vody a následně jej kvantitativně přefiltrujte přes hladký filtr do odměrné baňky o objemu 200,0 ml. Filtr několikrát opláchněte destilovanou vodou, aby byl zajištěn kvantitativní převod vzorku do odměrné baňky.
- Vzorek v odměrné baňce doplňte destilovanou vodou po značku a následně uzátkujte a řádně homogenizujte.

Chelatometrické stanovení měďnatých iontů s vizuální indikací bodu ekvivalence

- Sestavte si titrační aparaturu a byretu si naplňte odměrným roztokem Chelatonu 3 o koncentraci $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$.
- Do titrační baňky si napipetujte 10,00 ml roztoku vzorku a zředte jej přídatkem cca 100 ml destilované vody.
- Následně do roztoku přidejte 2,0 ml 1M roztoku amoniaku a několikrát na špičku špachtle indikátoru murexid tak, aby bylo zbarvení roztoku dostatečně intenzivní.
- Obsah titrační baňky titrujte odměrným roztokem Chelatonu 3 ze žlutého (případně žlutozeleného) zbarvení přes různé barevné přechody do šedé s mírným nádechem fialovomodré barvy, která je stálá aspoň 15 sekund. Ke konci titrace musíte postupovat skutečně pomalu a po kapkách.

- V tento moment přestaňte titrovat a zaznamenejte si spotřebovaný objem. Následně do baňky přidávejte po kapkách 1M roztok amoniaku, dokud se obsah titrační baňky nezbarví do limetkově zelené (nejvýše však ale další 2 ml). V případě, že dojde, i v případě, že nedojde ke zbarvení do limetkově zelené, pokračujte v titraci po kapkách do zářivě fialovomodrého zbarvení. Zaznamenejte si finální spotřebu odměrného roztoku Chelatonu 3.
- Titraci proveďte nejméně 3× a spotřeby odměrného roztoku si zaznamenejte.
- Odpady ze stanovení můžete likvidovat po naředění do výlevky.

Alkalimetrické stanovení měďnatých iontů s potenciometrickou a konduktometrickou indikací bodu ekvivalence

- Pro obě uvedená stanovení si připravte 10× zředěný roztok vašeho vzorku ve 100,0ml odměrné baňce.
- Sestavte si titrační aparaturu a byretu si naplňte odměrným roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 0,10 mol dm⁻³.
- Ze zředěného roztoku vzorku si odpipetujte 20,00 ml do kádinky o objemu 150 ml opatřené magnetickým míchadlem a přidejte 50–80 ml destilované vody tak, aby následně byla měrná část pH-elektrody resp. vodivostní cely zcela ponořená.
- Do kádinky umístěte pH-elektrodu, resp. vodivostní celu, umístěte ji na magnetickou míchačku a zahajte míchání.
- Zapněte multimetr a začněte zaznamenávat hodnoty pH, resp. vodivosti roztoku.
- Roztok v kádince titrujte 0,10M roztokem hydroxidu sodného po krocích 0,50 ml až do dosažení druhého bodu ekvivalence.
- Nezapomeňte naměřit dostatečné množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence, aby bylo možné vyhodnotit titrační křivky.
- V průběhu titrace si po každém přidavku odměrného roztoku hydroxidu sodného zaznamenávejte hodnotu aktuálního pH, resp. vodivosti.
- Titrační křivku vyhodnoťte, přijměte hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného v obou bodech ekvivalence a v případě potřeby titraci opakujte.
- Naměřené hodnoty pH zanepte do tabulky v tabulkovém editoru a vyhodnoťte pomocí první a druhé derivace pH podle objemu odměrného roztoku. Identifikujte jednotlivé body ekvivalence.
- Naměřené hodnoty vodivosti zanepte do tabulky v tabulkovém editoru a vyhodnoťte metodou proložení přímkami v lineárních částech trendu vodivosti. Identifikujte jednotlivé body ekvivalence.
- Tabulky s vyhodnocením přiložte k pracovnímu listu.
- Odpady ze stanovení můžete likvidovat po řádném naředění do výlevky.

Spektrofotometrické stanovení měďnatých iontů

- Pro stanovení si připravte 10× zředěný roztok vašeho vzorku ve 100,0ml odměrné baňce.
- Přeneste přibližně 50 ml standardního roztoku měďnatých iontů o obsahu 500 mg dm⁻³ Cu²⁺ do malé kádinky. Z tohoto zásobního roztoku připravte v 50ml odměrných baňkách šest kalibračních roztoků s rozsahem koncentrace Cu²⁺ 10 – 60 mg dm⁻³ následujícím způsobem.
- Napipetujte vypočítané objemy zásobního roztoku do 50,0 ml odměrných baněk, zřeďte přibližně na polovinu objemu baňky destilovanou vodou, připipetujte 2,0 ml 1% roztoku hexakyanoželeznatanu draselného a doplňte po značku destilovanou vodou.

- Připravte si zároveň slepý vzorek (tj. vzorek neobsahující žádný analyt) stejným způsobem jako kalibrační roztoky.
- Přeneste 5,00 ml zředěného roztoku vzorku do 50,0 ml odměrné baňky, zředte přibližně na $\frac{3}{4}$ objemu baňky destilovanou vodou, připipetujte 2,0 ml 1% roztoku hexakynoželeznatanu draselného a doplňte po značku destilovanou vodou.
- Změřte absorpční křivku prostředního kalibračního roztoku v rozsahu vlnových délek 400–800 nm a určete vlnovou délku absorpčního maxima.
- Při vlnové délce stanoveného absorpčního maxima změřte absorbance všech ostatních kalibračních roztoků včetně blanku a také absorbanci vzorku.
- Zaznamenejte hodnoty absorbance. Vykreslete naměřené hodnoty absorbance kalibračních roztoků do grafu a proveďte lineární regresi.
- Sestrojte graf kalibrační závislosti absorbance na hmotnostní koncentraci měďnatých iontů v kalibračních vzorcích a určete rovnici regrese včetně koeficientu determinace R^2 .
- Odpady se stanovení můžete likvidovat po řádném naředění do výlevky.

VYHODNOCENÍ A OTÁZKY

(vypracujte do pracovního listu)

- 1) Uveďte přesnou navážku vzorku drátu a rovněž přesné koncentrace odměrných roztoků.
- 2) Vyčíslete chemickou rovnici rozpouštění mědi v kyselině dusičné.
- 3) Uveďte spotřeby odměrného roztoku Chelatonu 3 pro stanovení měďnatých iontů a rovněž stanovte přijatou spotřebu.
- 4) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou chelatometricky v % hm.
- 5) Přiložte vyhodnocenou titrační křivku alkalimetrické titrace s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného.
- 6) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou alkalimetricky s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence v % hm.
- 7) Přiložte vyhodnocenou titrační křivku alkalimetrické titrace s konduktometrickou indikací bodu ekvivalence včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného.
- 8) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou alkalimetricky s konduktometrickou indikací bodu ekvivalence v % hm.
- 9) Zkonstruuje absorpční spektrum prostředního kalibračního roztoku a přiložte jej k pracovnímu listu. Stanovte vlnovou délku absorpčního maxima.
- 10) Do tabulky zanepte pipetované objemy zásobního roztoku měďnatých iontů, které jste použili pro přípravu kalibračních roztoků a také jejich absorbance při vlnové délce absorpčního maxima.
- 11) Stanovte rovnici regrese kalibrační přímky a příslušnou hodnotu koeficientu determinace R^2 . Kalibrační graf přiložte k pracovnímu listu.

-
- 12) Stanovte hmotnostní koncentraci měďnatých iontů v 50,0ml odměrné baňce.**
- 13) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou spektrofotometricky v % hm.**
- 14) Proč je nutné rozpuštěný vzorek drátu před filtrací ředit destilovanou vodou?**
- 15) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečnost práce v laboratoři.**

PRACOVNÍ LIST

Úloha 1 Hantzschův ester

14 bodů**1) Zapište přesné navážky a objemy výchozích látek.** $m(\text{urotropin}) =$ _____ $V(\text{ethyl-acetoacetát}) =$ _____**2) Vyčíslete chemickou rovnici hydrolýzy urotropinu na amoniak a formaldehyd.**

Rovnice:

body:**3) Vypočítejte teoretický výtěžek produktu (nezapomeňte na kontrolu limitujícího reaktantu).**

Výpočty:

 $m(\text{produkt, teoretický}) =$ **body:****4) Uveďte vzhled a vlastnosti (skupenství, barva, zápach) surového i rekrytalizovaného produktu.**

Vzhled a vlastnosti surového produktu:

Vzhled a vlastnosti rekrytalizovaného produktu:

body:

5) Uveďte praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek čistého rekrystalizovaného produktu. $m(\text{produkt, praktický}) =$

Procentuální výtěžek =

body:

6) Vyhodnoťte TLC chromatogram – uveďte počty skvrn a jejich retenční faktory pro jednotlivé vzorky na chromatogramu. Na základě TLC se vyjádřete k čistotě rekrystalizovaného produktu.

Vyhodnocení chromatogramu:

Vzorek	Počet skvrn	Retenční faktory skvrn
ethyl-acetoacetát		
urotropin		
surový produkt		
rekrystalizovaný produkt		

Vyjádření k čistotě rekrystalizovaného produktu:

body:

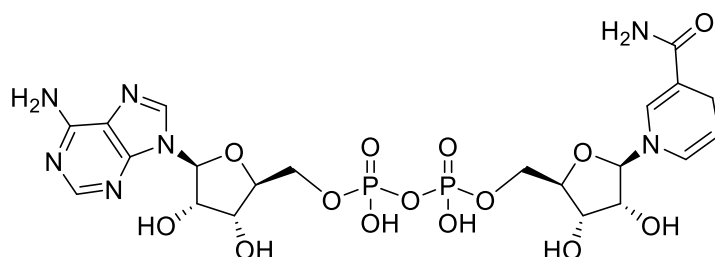
7) Uveďte interval bodu tání produktu.

Interval tání produktu:

body:

8) Ve struktuře NADH vyznačte 1,4-dihydropyridinový motiv.

Vyznačení motivu:



body:

9) Schématem popište jednoelektronovou oxidaci Hantzschova esteru v kyselém prostředí.

Schéma:

body:

10) Hodnocení laboratorní techniky a bezpečnosti práce v laboratoři.

body:

Úloha 2 Analýza vodiče H07V-U CY**26 bodů****1) Uveďte přesnou navážku vzorku drátu a rovněž přesné koncentrace odměrných roztoků.** $m(\text{drát}) =$ _____ $c(\text{Chelaton 3}) =$ _____ $c(\text{NaOH}) =$ _____**2) Vyčíslete chemickou rovnici rozpouštění mědi v kyselině dusičné.**

Rovnice:

body:

3) Uveďte spotřeby odměrného roztoku Chelatonu 3 pro stanovení měďnatých iontů a rovněž stanovte přijatou spotřebu.

Spotřeby:

$V_1(\text{Ch3}) / \text{ml}$	$V_2(\text{Ch3}) / \text{ml}$	$V_3(\text{Ch3}) / \text{ml}$	$(V_4(\text{Ch3}) / \text{ml})$	$V_{\text{přijata}}(\text{Ch3}) / \text{ml}$

body:

4) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou chelatometricky v % hm.

Výpočty:

 $w(\text{Cu}) =$

body:

- 5) Přiložte vyhodnocenou titrační křivku alkalimetrické titrace s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného.

Vyhodnocení:

$V_{\text{přijata}}(\text{NaOH}) =$

body:

- 6) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou alkalimetricky s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence v % hm.

Výpočty:

$w(\text{Cu}) =$

body:

- 7) Přiložte vyhodnocenou titrační křivku alkalimetrické titrace s konduktometrickou indikací bodu ekvivalence včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného.

Vyhodnocení:

$V_{\text{přijata}}(\text{NaOH}) =$

body:

- 8) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou alkalimetricky s konduktometrickou indikací bodu ekvivalence v % hm.

Výpočty:

$w(\text{Cu}) =$

- 9) Zkonstruuje absorpční spektrum prostředního kalibračního roztoku a přiložte jej k pracovnímu listu. Stanovte vlnovou délku absorpčního maxima.

Vlnová délka absorpčního maxima:

body:

- 10) Do tabulky zaneste pipetované objemy zásobního roztoku měďnatých iontů, které jste použili pro přípravu kalibračních roztoků a také jejich absorbance při vlnové délce absorpčního maxima.

Výpočty:

Vyhodnocení:

$c_m / \text{mg dm}^{-3}$	$V(\text{zásobní roztok}) / \text{ml}$	$A / 1$
0 (blank)		
10		
20		
30		
40		
50		
60		

body:

- 11) Stanovte rovnici regrese kalibrační přímky a příslušnou hodnotu koeficientu determinace R^2 . Kalibrační graf přiložte k pracovnímu listu.

Rovnice regrese:

Koeficient determinace:

body:

12) Stanovte hmotnostní koncentraci měďnatých iontů v 50,0ml odměrné baňce.

Výpočty:

 $c_m(\text{Cu}^{2+}, 50,0\text{ml odměrná baňka}) =$

body:

13) Vypočítejte čistotu měděného drátu ve vodiči stanovenou spektrofotometricky v % hm.

Výpočty:

 $w(\text{Cu}) =$

body:

14) Proč je nutné rozpuštěný vzorek drátu před filtrací ředit destilovanou vodou?

Zdůvodnění:

body:

15) Hodnocení laboratorní techniky a bezpečnosti práce v laboratoři.

body: