



58. ročník

2021/2022

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

Praktická část II – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST II**30 BODŮ****Úloha 2 Syntéza sacharinu****17 bodů****1) Uvedení přesných navážek výchozích látek:***Tato úloha není bodově hodnocena.***2) Výpočty:**

Látková bilance mezi výchozí látkou a produktem:

$$n_{\text{sacharin}} = n_{o\text{-toluensulfonamid}}$$

Teoretický výtěžek produktu je pak:

$$m_{\text{sacharin, teor}} = M_{\text{sacharin, teor}} \cdot \frac{m_{o\text{-toluensulfonamid}}}{M_{o\text{-toluensulfonamid}}}$$

Numericky:

$$m_{\text{sacharin, teor}} = 183,18 \text{ g mol}^{-1} \cdot \frac{4,28 \text{ g}}{171,22 \text{ g mol}^{-1}} = 4,58 \text{ g}$$

*Za správnou látkovou bilanci 0,25 bodu.**Za správný postup teoretického výtěžku 0,50 bodu.**Za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,50 bodu.***Celkem 1,25 bodu.****3) Praktický výtěžek:***Tato podúloha není bodově hodnocena.***Vlastnosti produktu:**

Bílý (případně mírně narůžovělý) krystalický prášek.

Za popis produktu 0,25 bodu.

4) Procentuální výtěžek:

$$\eta = \frac{m_{\text{sacharin,prakt}}}{m_{\text{sacharin,teor}}}$$

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy (v případě, že z TLC analýzy je zřejmé, že je přítomen produkt)

| $\eta \geq 50 \%$ | $50 \% \geq \eta \geq 25 \%$ | $25 \% \geq \eta$ |
|-------------------|------------------------------|-------------------|
| 8 bodů | $(0,32 \cdot \eta - 8)$ bodů | 0 bodů |

Body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.

Za procentuální výtěžek celkem maximálně 8,00 bodů.

5) Vyhodnocení TLC:

Provede se vyhodnocení kvality provedeného TLC podle následujících kritérií:

- zakreslení skvrn a jejich správné označení
- správný výpočet retenčního faktoru
- kvalita skvrn (ostrost, nechvostování)
- kvalitní rozestup nanášených skvrn (možnost rozeznání jednotlivých skvrn)

Dále se hodnotí čistota nezreagované výchozí látky a čistota produktu podle následující tabulky:

| | |
|--|-----------|
| Vzorek nezreagované výchozí látky obsahuje pouze jednu skvrnu (nezreagovaná výchozí látka není kontaminována produktem). | 0,50 bodu |
| Vzorek produktu obsahuje pouze jednu skvrnu (produkt není kontaminován nezreagovanou výchozí látkou) | 4,00 bodu |
| Retenční faktor standardu výchozí látky je stejný jako retenční faktor nezreagované výchozí látky. | 0,50 bodu |
| Retenční faktor standardu sacharinu je stejný jako retenční faktor produktu. | 1,50 bodu |

Za splnění každého kritéria kvality TLC 0,25 bodu. Celkem tedy za kvalitu TLC 1,00 bodu.

Za hodnocení čistoty produktu a nezreagované výchozí látky celkem 6,50 bodu.

Dílicí body dle tabulky se neudělují.

Celkem za TLC 7,50 bodu.

(V případě nečitelnosti TLC není možné za tuto část udělit žádné body).

Úloha 3 Argentometrické stanovení sacharinu**13 bodů**

- 1) Uvedení přesných navážek stolního sladidla a jim odpovídajících spotřeb odměrného roztoku thiokyanatanu amonného:

Tato úloha není bodově hodnocena.

- 2) **Výpočty:**

Látková bilance pro zpětnou titraci dle Volhardta je:

$$n_{\text{AgNO}_3} = n_{\text{NaSach}} + n_{\text{NH}_4\text{SCN}}$$

Hmotnost sacharinu ve vzorku je pak:

$$m_{\text{NaSach}} = M_{\text{NaSach}} \cdot (c_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} - c_{\text{NH}_4\text{SCN}} \cdot V_{\text{NH}_4\text{SCN}})$$

Hmotnostní zlomek sacharinu ve vzorku je poté:

$$w_{\text{NaSach}} = \frac{m_{\text{NaSach}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

Hodnocení přesnosti stanovení obsahu sacharinu ve vzorku sladidla se provede na základě odchylky Δw mezi hodnotou obsahu sacharinu naměřeného soutěžícími a stanovenou organizátory:

$$\Delta w = |w(\text{NaSach, stanovená organizátory}) - w(\text{NaSach, naměřená soutěžícími})|$$

| $\Delta w \leq 2 \%$ | $2 \% \leq \Delta w \leq 4 \%$ | $4 \% \leq \Delta w$ |
|----------------------|--------------------------------|----------------------|
| 8 bodů | $(16 - 4 \cdot \Delta w)$ bodů | 0 bodů |

Za správnou látkovou bilanci pro zpětnou titraci 0,50 bodu.

Za správný postup výpočtu hmotnosti sacharinu 0,50 bodu.

Za správný postup výpočtu hmotnostního zlomku sacharinu 0,50 bodu.

Za numericky správný výsledek výpočtů 0,50 bodu.

*(Body za přesnost stanovení se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.)
Za přesnost spotřeby odměrného roztoku Chelatonu 3 celkem maximálně 8,00 bodů.*

Celkem 10,00 bodů.

3) Hodnocení správné laboratorní techniky a bezpečné práce v chemické laboratoři.

Hodnocení laboratorní techniky spočívá v řádném dozoru nad účastníky/icemi. Body se strhávají po částech 0,25 bodu za **prohřešky**, které **nemají vliv na čistotu/výtěžek nebo výsledek stanovení** ale jsou v rozporu se správnou laboratorní technikou a bezpečností práce. Jedná se zejména o:

- nesprávné sestavení aparatury (poloha držáků a svorek, neuchycení aparatur)
- výrazný nepořádek na pracovním místě
- nepoužívání nebo nesprávné používání ochranných pomůcek a prostředků
- nesprávná manipulace s laboratorními přístroji (váhy apod.)
- necitlivá manipulace s odměrným nádobím (zejm. pipety, odměrné baňky a byrety)
- rozbití laboratorního vybavení
- nepřítomnost míchadla nebo varných kamínků v zahřívané aparatuře
- nesprávná technika provedení filtrace

Veškeré prohřešky musí být popsány organizátorem v pracovním listu soutěžících s danou bodovou ztrátou, která danému prohřešku přísluší. Celkový počet bodů za laboratorní techniku a bezpečnost práce nemůže být záporný.

*Za správnou laboratorní techniku a bezpečnost práce celkem **maximálně 3,00 bodu.***