



59. ročník

2022/2023

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie E

Praktická část – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST**40 BODŮ****Úloha 1 Syntéza a charakterizace triboluminiscenční látky:
N-acetylanthranilové kyseliny****20 bodů****1) Výpočty:**

$$n_{\text{anthranilová kyselina}} = \frac{m_{\text{anthranilová kyselina}}}{M_{\text{anthranilová kyselina}}} = \frac{10,0 \text{ g}}{137,14 \text{ g mol}^{-1}} = 0,0729 \text{ mol}$$

$$n_{\text{acetanhydrid}} = \frac{\rho_{\text{acetanhydrid}} \cdot V_{\text{acetanhydrid}}}{M_{\text{acetanhydrid}}} = \frac{1,08 \text{ g cm}^{-3} \cdot 30,0 \text{ cm}^3}{102,09 \text{ g mol}^{-1}} = 0,317 \text{ mol}$$

Za každý správný postup výpočtu včetně numericky správného výsledku 0,50 bodu.

Celkem 1,00 bodu.**2) Výpočty:**

Limitujícím reaktantem pro syntézu je kyselina anthranilová. Z látkové bilance dovodíme:

$$n_{\text{produkt}} = n_{\text{anthranilová kyselina}} = 0,0729 \text{ mol}$$

$$m_{\text{produkt,teor}} = M_{\text{produkt}} \cdot n_{\text{produkt}} = 179,18 \text{ g mol}^{-1} \cdot 0,0729 \text{ mol} = 13,1 \text{ g}$$

Za správnou látkovou bilanci 0,25 bodu.

Za správný postup výpočtu 0,25 bodu.

Za numericky správný výsledek 0,25 bodu.

Celkem 0,75 bodu.**3) Praktický a procentuální výtěžek:**

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

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy:

$\eta \geq 50 \%$	$50 \% \geq \eta \geq 10 \%$	$10 \% \geq \eta$
7 bodů	$(0,175 \cdot \eta - 1,75)$ bodů	0 bodů

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

*Za praktický/procentuální výtěžek **celkem maximálně 7,00 bodů**.*

4) Vlastnosti produktu:

Šupinovitě bezbarvé krystaly s možným mírným zápachem po zbytkové kyselině octové.

*Za popis všech atribut (barva, skupenství, zápach) **celkem 0,25 bodu**.*

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 preparátů podle následující tabulky:

Vzorek produktu obsahuje pouze jednu skvrnu (produkt není kontaminován nezreagovanou výchozí látkou ani meziproduktem).	1,50 bodu
Vzorek meziproduktu neobsahuje nezreagovanou výchozí látku.	0,50 bodu
Vzorek meziproduktu neobsahuje stopy produktu.	1,00 bodu

Za splnění každého kritéria kvality TLC 0,15 bodu. Celkem tedy za kvalitu TLC 0,60 bodu.

Za správné vyplnění tabulky v souladu s provedeným TLC 0,10 bodu.

Za vyjádření se k čistotě meziproduktu a produktu v souladu s TLC 0,30 bodu.

Za hodnocení čistoty produktu a nezreagované výchozí látky celkem 3,00 bodu.

Celkem za TLC 4,00 bodu.

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

6) Naměřený bod tání:

Hodnotí se odchylka ΔT (ve smyslu odchylky od krajních hodnot) od tabelovaného intervalu tání, který činí 183–185 °C.

$\Delta T \leq 3 \text{ }^\circ\text{C}$	$8 \text{ }^\circ\text{C} \geq \Delta T \geq 3 \text{ }^\circ\text{C}$	$\Delta T \geq 8 \text{ }^\circ\text{C}$
3 body	$(4,8 - 0,6 \cdot \Delta T)$ bodů	0 bodů

Body se udělují zaokrouhleně s přesností na 0,25 bodu.

*Za čistotu produktu na základě naměřeného bodu tání **celkem maximálně 3,00 bodu.***

7) Vysvětlení:

Triboluminiscence je děj, při kterém dochází k emisi světla při mechanické deformaci (tření) krystalů dané látky. Jedná se o emisi „studeného“ světla, a ne elektrického výboje.

*Za smysluplné vysvětlení **celkem 0,50 bodu.***

8) Zdůvodnění:

Vzhledem k tomu, že k úspěšnému vyvolání triboluminiscence jsou třeba dobře vyvinuté krystaly, je třeba použít volnější krystalizaci postupným zchlazením, aby krystaly produktu měly dostatečný čas na vyvinutí se do požadovaných rozměrů.

*Za zdůvodnění **celkem 0,50 bodu.***

9) 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, magnetické míchačky a další přístroje)
- 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.***

Úloha 2 Stanovení obsahu kyseliny mléčné v komerčním odvápnovači na kávovary 20 bodů

1) Uvedení přesné navážky kyseliny amidosírové pro standardizaci odměrného roztoku NaOH:

Tato úloha není bodově hodnocena.

2) Hodnocení spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného:

Vzhledem k faktu, že spotřeba účastníků $V(\text{stud})$ (v mililitrech) závisí na navážce kyseliny amidosírové účastníků $m(\text{stud})$ (v gramech), je třeba referenční spotřebu odměrného roztoku $V(\text{org})$ zjištěnou organizátory (odpovídající navážce $m(\text{org})$) přepočítat na referenční spotřebu $V(\text{stud,ref})$.

$$V(\text{stud, ref}) = V(\text{org}) \cdot \frac{m(\text{stud})}{m(\text{org})}$$

Přesnost stanovení se pak hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako:

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{stud, ref})|$$

$\Delta V \leq 0,2$ ml	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6$ ml	$0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$
4 body	$(6 - 10 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

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

*Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu **celkem maximálně 4,00 bodu.***

3) Výpočty:

Z látkové bilance při standardizaci dovodíme, že:

$$n_{\text{H}_3\text{NSO}_3} = n_{\text{NaOH}} \rightarrow \frac{m_{\text{H}_3\text{NSO}_3}}{M_{\text{H}_3\text{NSO}_3}} \cdot \frac{V_{\text{pipetáž}}}{V_{\text{baňky}}} = c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \rightarrow c_{\text{NaOH}} = \frac{1}{V_{\text{NaOH}}} \cdot \frac{m_{\text{H}_3\text{NSO}_3}}{M_{\text{H}_3\text{NSO}_3}} \cdot \frac{V_{\text{pipetáž}}}{V_{\text{baňky}}}$$

Za správný postup výpočtu 0,25 bodu.

Za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,25 bodu.

Celkem 0,50 bodu.

4) Hodnocení spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného:

Přesnost stanovení se hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako rozdíl mezi spotřebou stanovenou účastníky $V(\text{stud})$ a spotřebou stanovenou organizátory $V(\text{org})$:

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{org})|$$

$\Delta V \leq 0,2$ ml	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6$ ml	$0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$
4 body	$(6 - 10 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

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

*Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu **celkem maximálně 4,00 bodu.***

5) **Vyhodnocení titrační křivky a hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku NaOH:**

Hodnocení se provede na základě následujících kritérií:

- naměření dostatečného množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence (nejméně 6 hodnot)
- správné a korektní vyhodnocení bodu ekvivalence na základě 2.derivace nebo podobně přesné metody
- identifikace přijaté spotřeby
- popis os grafu včetně jednotek

Za splnění každého uvedeného kritéria 0,25 bodu.

Přesnost stanovení se hodnotí na základě odchylky ΔV spočtené jako rozdíl mezi spotřebou stanovenou účastníky $V(\text{stud})$ a spotřebou stanovenou organizátory $V(\text{org})$:

$$\Delta V = |V(\text{stud}) - V(\text{org})|$$

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6 \text{ ml}$	$0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$
4 body	$(6 - 10 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

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

Za přesnost spotřeby odměrného roztoku hydroxidu celkem maximálně 4,00 bodu.

*Za potenciometrickou titraci **celkem maximálně 5,00 bodu.***

6) **Výpočet:**

Titrační stechiometrie mezi kyselinou mléčnou a hydroxidem sodným je 1:1. Odtud v titrační baňce:

$$n_{\text{HLac, titrační baňka}} = n_{\text{NaOH}} = c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$

V odměrné baňce (a tedy v 10 ml koncentrovaného odvápnovače) je toto množství $(200/10)=20\times$ více.

$$n_{\text{HLac, odměrná baňka}} = 20 \cdot n_{\text{HLac, titrační baňka}}$$

Ve 100 ml odvápnovače je tak $10\times$ více kyseliny mléčné, než v odměrné baňce, tedy:

$$n_{\text{HLac}/100 \text{ ml odvápnovače}} = 10 \cdot n_{\text{HLac, odměrná baňka}}$$

A příslušná hmotnost je pak:

$$m_{\text{HLac}/100 \text{ ml odvápnovače}} = n_{\text{HLac}/100 \text{ ml odvápnovače}} \cdot M_{\text{HLac}}$$

Za správnou titrační stechiometrii 0,25 bodu.

Za správné zohlednění ředění 0,25 bodu.

Za zohlednění požadovaného objemu koncentrovaného odvápnovače 0,25 bodu.

Za přepočítání látkového množství na hmotnost 0,25 bodu.

Za každý numericky správný výsledek 0,25 bodu.

V případě alternativního postupu a jeho správnosti udělit za postup plný počet bodů.

Celkem 1,50 bodu.

7) **Výpočet:**

Uvádíme výpočet pro obsah 40,0 g kyseliny mléčné na 100 ml odvápnovače. Pro přípravu 1000 ml takového odvápnovače je třeba celkem 400 g čisté kyseliny mléčné.

$$m_{\text{HLac}, 100\%} = 400 \text{ g}$$

Koncentrované kyseliny mléčné (80% hm.) je tedy potřeba:

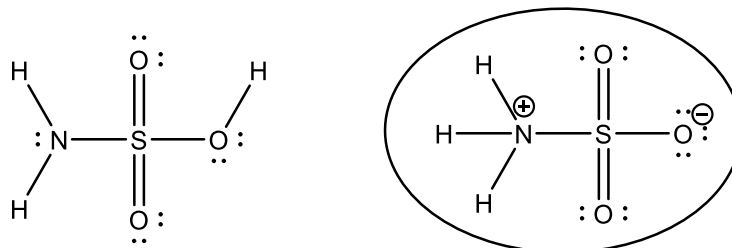
$$m_{\text{HLac}, 80\%} = \frac{100}{80} \cdot m_{\text{HLac}, 100\%} = \frac{100}{80} \cdot 400 \text{ g} = 500 \text{ g}$$

Za 1000 ml odvápnovače zaplatíme 2·239 CZK = 478 CZK. Pro přípravu vlastního odvápnovače potřebujeme 500 g koncentrované kyseliny mléčné, tedy za tu zaplatíme 120 CZK kg⁻¹ · 0,500 kg = 60 CZK. Vlastní odvápnovač z komerční koncentrované kyseliny mléčné tak vyjde 478/60 = **8× levněji**.

*Za jakýkoliv správný způsob výpočtu potřebné hmotnosti 80% kyseliny mléčné včetně výsledku 0,50 bodu.
Za jakýkoliv správný způsob výpočtu cenového zvýhodnění včetně výsledku 0,50 bodu.*

Celkem 1,00 bodu.

8) Strukturní elektronové vzorce:



Vysvětlení:

Hydroxyskupina amidosírové kyseliny je poměrně silně kyselá a neprotonovaná aminoskupina bazická. Z toho důvodu bude prakticky zcela docházet k migraci protonu a tvorbě zwitteriontové formy. Tomu odpovídá i konstanta acidity.

Za každý strukturní elektronový vzorec 0,25 bodu.

Za výběr správné formy 0,25 bodu.

Za vysvětlení 0,25 bodu.

Celkem 1,00 bodu.

9) 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, magnetické míchačky a další přístroje)
- 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.***