



59. ročník

2022/2023

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

1. Praktická část – Řešení

1. PRAKTICKÁ ČÁST**30 BODŮ****Úloha 1 Syntéza kyseliny difenové****30 bodů****1) Uvedení přesné navážky kyseliny anthranilové.***Tato úloha není bodově hodnocena.***2) Výpočty:**

Limitujícím reaktantem pro syntézu je kyselina anthranilová. Její látkové množství je:

$$n_{\text{kyselina anthranilová}} = \frac{m_{\text{kyselina anthranilová}}}{M_{\text{kyselina anthranilová}}} = \frac{2,50 \text{ g}}{137,14 \text{ g mol}^{-1}} = 0,0182 \text{ mol}$$

Z látkové bilance dovodíme:

$$n_{\text{produkt}} = \frac{1}{2} \cdot n_{\text{anthranilová kyselina}} = \frac{1}{2} \cdot 0,0182 \text{ mol} = 9,11 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$m_{\text{produkt,teor}} = M_{\text{produkt}} \cdot n_{\text{produkt}} = 242,23 \text{ g mol}^{-1} \cdot 9,11 \cdot 10^{-3} \text{ mol} = 2,21 \text{ g}$$

*Za správnou látkovou bilanci 0,50 bodu.**Za správný postup výpočtu látkového množství výchozí látky 0,50 bodu.**Za správný postup výpočtu hmotnosti produktu 0,50 bodu.**Za numericky správný výsledek 0,50 bodu.**Celkem 2,00 bodu.***3) Praktický a procentuální výtěžek:**

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

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy:

$\eta \geq 95 \%$	$95 \% \geq \eta \geq 15 \%$	$15 \% \geq \eta$
10 bodů	$(0,125 \cdot \eta - 1,875)$ bodů	0 bodů

*Body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu.**Za praktický/procentuální výtěžek celkem maximálně 10,00 bodů.***4) Vlastnosti produktu:**

Krémově žluté krystaly bez zřetelného zápachu.

Za popis všech atribut (barva, skupenství, zápach) celkem 0,50 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 vlastního produktu obsahuje pouze jednu skvrnu (produkt není kontaminován nezreagovanou výchozí látkou ani jiným kontaminantem).	4,00 bodu
Vzorek výchozí látky obsahuje pouze jednu skvrnu odpovídající výchozí látce.	0,50 bodu
Vzorek standardu produktu obsahuje pouze jednu skvrnu odpovídající produktu.	0,50 bodu
Retenční faktor skvrny produktu se podstatně neliší (o více jak 5 %) od retenčního faktoru standardu produktu.	1,50 bodu.

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

Za správné vyplnění tabulky v souladu s provedeným TLC 0,50 bodu.

Za vyjádření se k čistotě produktu v souladu s TLC 0,50 bodu.

Za hodnocení čistoty preparátů TLC celkem 6,50 bodu.

Celkem za TLC 8,50 bodu.

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

6) Naměřený bod tání:

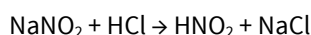
Hodnotí se odchylka ΔT (ve smyslu odchylky od krajních hodnot) od tabelovaného intervalu tání, který činí 234–237 °C.

$\Delta T \leq 8 \text{ } ^\circ\text{C}$	$8 \text{ } ^\circ\text{C} \geq \Delta T \geq 18 \text{ } ^\circ\text{C}$	$\Delta T \geq 20 \text{ } ^\circ\text{C}$
5 bodů	$(9 - 0,5 \cdot \Delta T)$ bodů	0 bodů

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

Za čistotu produktu na základě naměřeného bodu tání celkem maximálně 5,00 bodu.

7) Chemická rovnice:



Za správnou vyčíslenou chemickou rovnicí 0,25 bodu.

8) Zdůvodnění:

Diazoniové soli se za vyšší teploty rozkládají na plynný dusík, což vede k jejich znehodnocení vzhledem k dalším reakcím.

Za zdůvodnění 0,25 bodu.

9) Vysvětlení:

Před okyselením existuje kyselina difenová v roztoku ve formě rozpustného dianiontu. V momentě okyselení dojde k protonaci obou karboxylových skupin a tím výraznému snížení iontovosti a tedy i rozpustnosti kyseliny difenové, což vede k jejímu vysrážení.

K pění dochází vlivem odstupujícího plynného dusíku z diazoniové soli.

Za každé vysvětlení 0,25 bodu.

Celkem 0,50 bodu.

10) 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

Poskytnutí nového vzorku nebo chemikálie navíc je sankcionováno 0,50 body.

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.