



59. ročník

2022/2023

KRAJSKÉ KOLO

Kategorie A

Praktická část – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST**40 BODŮ****Úloha 1 Barevná kondenzace****20 bodů****1) Která látka uniká z reakční směsi při bublání?**

Unikající látkou je ethanol, který odpadá z ethyl-acetoacetátu při jeho kondenzaci s fenolickou skupinou.

za určení ethanolu **1,00 bodu**

2) Uvedte dvě výhody Dowexu oproti homogennímu katalyzátoru, třeba kyselině sírové.

Dowex lze na rozdíl od homogenního katalyzátoru snadno oddělit z reakční směsi dekantací/filtrací, je bezpečnější a lze ho snadno recyklovat. Ve srovnání s kyselinou sírovou nemá oxidační a dehydratační účinky.

za každou ze správných odpovědí **1,00 bodu**

celkem max. 2,00 bodu

3) Vypočítejte hodnotu R_f produktu.

$$R_f = a / b = 4,10 / 5,60 = 0,73$$

0,50 bodu za správný postup výpočtu

Poznámka: uvedená hodnota 0,73 závisí na hodnotách a , b . Hodnoty studentů se mohou lišit, 0,5 bodu je uděleno za správný postup výpočtu.

0,50 bodu pro R_f v rozmezí 0,63–0,83; 0,25 bodu pro R_f 0,83–0,88 nebo 0,58–0,63; 0,00 bodu pro R_f mimo tyto intervaly

celkem max. 1,00 bodu

4) Podle TLC určete, zda se vám podařilo krystalizací získat čistý produkt bez výchozích látek.

Ano/Ne

1,00 bodu podle odpovědi v souladu s TLC analýzou

5) Podle TLC určete, zda byla konverze resorcinolu úplná

Ano/Ne

1,00 bodu podle odpovědi v souladu s TLC analýzou

Před opuštěním pracovního místa připravte vedle sebe Petriho misku s krystalizovaným produktem, TLC destičku/y a pracovní listy.

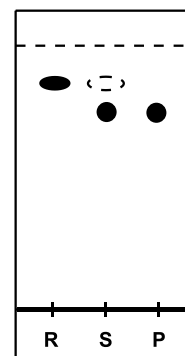
- Čistota produktu a vzhled produktu: nažloutlé až žluté jehličkovité krystalky, bez kuliček Dowexu, na TLC produkt vykazuje pod UV jeden modře svítící spot **5,00 bodu**/ produkt je nekystalický (práškový) nebo obsahuje kuličky Dowexu nebo na TLC vykazuje 2 spoty **3,00 bodu**/ produkt je hnědý nebo jde o kuličky Dowexu nebo dle TLC neodpovídá produktu (= spot má stejné R_f jako resorcinol) **0,00 bodu** **max. 5,00 bodu**
- Množství produktu: Očekávaný výtěžek je přibližně 600 mg. Z důvodu zjednodušení hodnocení posuďte množství získaného produktu pouze vizuálně (je vhodné množství produktu porovnávat mezi jednotlivými vzorky). Rozumné množství produktu **3,00 bodu**/ trochu produktu **1,00 bodu**/ neodevzdaný produkt **0,00 bodu** (množství produktu se hodnotí pouze jde-li skutečně o produkt (alespoň surový) podle předchozího bodu) **max. 3,00 bodu**

- TLC destička:
TLC destička je správně označena písmeny a zároveň startovací linie a čelo mobilní fáze jsou vodorovné 1,00 bodu
TLC destička není poničená, poškrábaná, nemá poničené rohy ani sedřenou silikagelovou vrstvu v místě nanášení vzorků 2,00 bodu
skvrny nanesených látek jsou pod UV světlem dobře viditelné, nejsou příliš velké, rozmyté ani slité dohromady 2,00 bodu
na TLC nejsou žádné další skvrny (kontaminace) 1,00 bodu
max. 6,00 bodu

celkem max. 14,00 bodu

Poznámky:

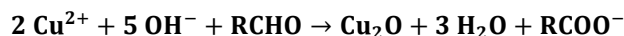
- Resorcinol má R_f cca 0,84 a jeho skvrny se po čase zbarví do hněda, což je zvláště patrné u koncentrovanějších vzorků.
- Konverze resorcinolu nebývá kompletní, takže vzorek S obvykle obsahuje jak produkt, tak nezreagovaný resorcinol.
- Produkt by po krystalizaci neměl obsahovat resorcinol.
- Produkt má modré spoty pod UV, narozdíl od klasicky fialových, jako např. u resorcinolu.



Úloha 2 Cukrometrie

20 bodů

1) Rovnice



za rovnici 0,50 bodu
za správné vyčíslení 0,50 bodu
celkem 1,00 bodu

2) Výpočet hmotnosti D-glukosy, která při standardizaci zreagovala s 10 ml Fehlingova roztoku A

Modelový výpočet pro spotřebu 17,1 ml

$$\text{Spotřeba 17,1 ml roztoku D-glukosy (} c = 0,035 \text{ mol/l) odpovídá } n = V \cdot c = \frac{17,1}{1000} \cdot 0,035 = 0,5985 \text{ mmol}$$

za správný postup 0,50 bodu
za numericky správný výsledek n 0,50 bodu

$$\text{Hmotnost je poté } m = n \cdot M = 0,5985 \cdot 180,16 = 107,8 \text{ mg}$$

za numericky správný výsledek m 0,50 bodu
celkem 1,50 bodu

plný počet bodů bude udělen i za jakýkoli jiný postup výpočtu vedoucí ke správnému výsledku

Hodnocení spotřeby roztoku vzorku

Hodnotit se musí správnost výpočtu z (i nepřesného) výsledku titračního stanovení.

Předpokládaná spotřeba roztoku vzorku (pro $m(\text{tableta}) = 2,4699 \text{ g}$) je přibližně 12,13 ml; to ovšem platí pouze pokud byly Fehlingovy roztoky připraveny s navázkou přesně jako v pokynech. Přesnou hodnotu pro jeden vzorek stanoví experimentálně organizátoři soutěže. Správná spotřeba (V_{ref}) pro výpočet odchylky se pak vždy vypočte podle poměru hmotností vzorků žáka a organizátora:

$$V_{ref} = \frac{m(\text{organizátor})}{m(\text{student})} \cdot V(\text{spotřeba, organizátor})$$

Hodnocení odchylky:

odchylka:	počet bodů:
0,00 – 0,30 ml	14,00
0,30 – 1,50 ml	$14 \times (1,50 - \text{odchylka})$
$\geq 1,50 \text{ ml}$	0

Odchylka rovná a větší než 1,50 ml 0,00 bodu.

celkem max. 14,00 bodu

3) Hodnocení výpočtu hmotnosti D-glukosy v jedné tabletě

Hodnotit se musí správnost výpočtu z (i nepřesného) výsledku titračního stanovení.

Modelový výpočet pro spotřebu 12,1 ml

Podle minulého výpočtu odpovídá 10 ml Fehlingova roztoku A hmotnosti 107,8 mg D-glukosy, která je tedy obsažena v 12,1 ml vzorku. Hmotnost D-glukosy v jedné tabletě je tedy:

$$m = \frac{V(\text{vzorek})}{V(\text{titrace})} \cdot 107,8 \text{ mg} = \frac{250}{12,1} \cdot 107,8 \text{ mg} = 2227 \text{ mg}$$

za správný postup 0,50 bodu

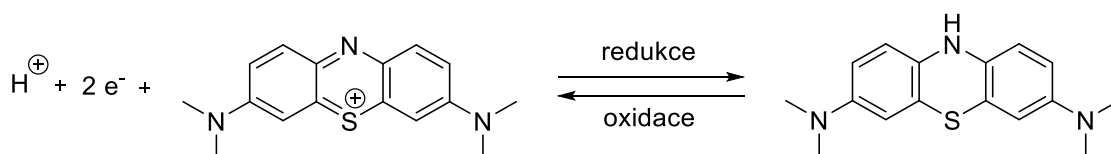
za numericky správný výsledek hmotnosti 1,00 bodu

celkem 1,50 bodu

plný počet bodů bude udělen i za jakýkoli jiný postup výpočtu vedoucí ke správnému výsledku

4) Na jakém principu funguje methylenová modř?

Methylenová modř je ve své nejběžnější formě modrá. V bazickém prostředí je ovšem redukována nadbytkem glukosy v bodě ekvivalence na tzv. leukoformu, která je bezbarvá.



Lze uznat i jednodušší vysvětlení, že oxidovaná forma je modrá, redukováná bezbarvá.

za správnou odpověď (struktury nejsou vyžadovány) 1,00 bodu

5) Okomentujte, ve kterých z následujících analytů můžeme stanovit obsah daného sacharidu (neuvažujte hydrolýzu disacharidů) touto metodou přesně podle dříve uvedeného pracovního postupu. Zamyslete se a запиšte, co by stanovení mohlo znehodnotit/ztížit: glukosa v moči (cca 25 mg/100 ml), glukosa v krvi (cca 140 mg/100 ml), laktosa v mléku (cca 4,8 g/100 ml), sacharosa v Coca-Cole (cca 10,6 g/100 ml).

V moči je normálně koncentrace glukosy pro tuto metodu příliš nízká (10 ml Fehlingova roztoku A by odpovídalo cca 400 ml vzorku). Běžná koncentrace glukosy v krvi stále odpovídá spotřebě cca 100 ml vzorku na titraci. Krev zároveň obsahuje mnoho látek, které by mohly interferovat a před samotnou titrací by byla potřeba náročná úprava vzorku. Laktosu jakožto redukující sacharid lze touto metodou také stanovit. Mléko obsahuje touto metodou stanovitelnou koncentraci tohoto sacharidu a přítomné proteiny (které by mohly interferovat) lze snadno vysrážet. Sacharosa, byť zastoupená ve značné míře v Coca-Cole není jakožto neredukující sacharid stanovitelná touto metodou.

za každou správnou a zdůvodněnou odpověď 0,25 bodu

celkem min. 0,00 bodu a max. 1,00 bodu