



61. ročník

2024/2025

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

2. Praktická část – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST**30 BODŮ****Úloha 1 Oxidace vanilinu na kyselinu vanilovou****15 bodů**

- 1) Uvedení přesných navážek/objemů/koncentrací použitých chemikálií/vzorků/odměrných roztoků:

tato úloha není bodově hodnocena

- 2) Výpočty:

Modelový výpočet je proveden pro přesná množství uvedená v zadání. Látkové množství vanilinu, které vstupuje do reakce je:

$$n_{\text{vanilin}} = \frac{m_{\text{vanilin}}}{M_{\text{vanilin}}} = \frac{3,80 \text{ g}}{152,15 \text{ g mol}^{-1}} = 0,0250 \text{ mol}$$

Vzhledem k tomu, že vanilin a kyselina vanilová jsou ve stechiometrickém vztahu 1:1 mol., je:

$$n_{\text{kyselina vanilová}} = n_{\text{vanilin}} = 0,0250 \text{ mol}$$

Teoretický výtěžek je potom:

$$m_{\text{kyselina vanilová, teor.}} = n_{\text{kyselina vanilová}} \cdot M_{\text{kyselina vanilová}} = 0,0250 \text{ mol} \cdot 168,15 \text{ g mol}^{-1} = 4,20 \text{ g}$$

za jakýkoliv správný postup výpočtu teoretického výtěžku 0,25 bodu

za numericky správný výsledek 0,25 bodu

celkem 0,50 bodu

- 3) Praktický a procentuální výtěžek:

$$\eta = \frac{m_{\text{kyselina vanilová, prakt.}}}{m_{\text{kyselina vanilová, teor.}}}$$

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy:

$\eta \geq 50 \%$	$50 \% \geq \eta \geq 10 \%$	$10 \% \geq \eta$
5 bodů	(0,125 · η – 1,25) bodů	0 bodů

body za výtěžek se vypočítají se zaokrouhlením na 0,25 bodu

za praktický výtěžek maximálně 5,00 bodu

celkem 5,00 bodu

- 4) Popis produktu: Bílá až krémová prášková látka se vzdáleným mírným pachem vanilinu.

produkt je třeba vizuálně a sensoricky zkontrolovat opravujícím

za bílý nebo krémový produkt a bez silného zápachu vanilinu 0,50 bodu

(v případě běžového zbarvení udělit pouze 0,25 bodu,

v případě hnědého zbarvení nebo zjevné kontaminace produktu stříbrem nebo oxidem stříbrným neudělit žádné body)

za popis všech atribut (barva, skupenství a zápach) celkem 0,25 bodu (dílčí body se neudělují)

celkem 0,75 bodu

5) Naměřený bod tání:

Hodnotí se odchylka ΔT (ve smyslu větší odchylky od krajních hodnot naměřeného intervalu tání) od tabelovaného bodu tání, který činí $T_{\text{ref}} = 211 \text{ }^\circ\text{C}$.

$$\Delta T = \max\{T_{\text{ref}} - T_{\text{m,naměřená,začátek tání}}; T_{\text{m,naměřená,konec tání}} - T_{\text{ref}}\}$$

$\Delta T \leq 5 \text{ }^\circ\text{C}$	$5 \text{ }^\circ\text{C} \geq \Delta T \geq 10 \text{ }^\circ\text{C}$	$\Delta T \geq 10 \text{ }^\circ\text{C}$
3 body	$(6 - 0,6 \cdot \Delta T)$ bodů	0 bodů

body za bod tání se vypočítají se zaokrouhlením na 0,25 bodu
za čistotu produktu na základě naměřeného bodu tání maximálně 3,00 body

celkem 3,00 bodu

6) Vyhodnocení TLC:

Provede se vyhodnocení kvality provedeného TLC podle následujících kritérií:

- nepoškození TLC desky
- zakreslení skvrn a jejich správné označení
- správný výpočet retenčního faktoru
- kvalita skvrn včetně rozestupu (ostroost, nechvostování a možnost rozeznání jednotlivých skvrn)

Dále se hodnotí čistota preparátů podle následující tabulky:

Vzorek vlastního produktu obsahuje pouze jednu skvrnu	1,50 bodu
Vzorek standardu výchozí látky obsahuje pouze jednu skvrnu odpovídající výchozí látce.	0,25 bodu
Vzorek standardu produktu obsahuje pouze jednu skvrnu odpovídající produktu.	0,25 bodu
Retenční faktor skvrny produktu se podstatně neliší (o více jak 5 %) od retenčního faktoru standardu produktu.	0,50 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 0,25 bodu

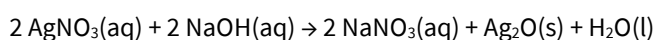
za vyjádření se k čistotě produktu v souladu s TLC 0,25 bodu

za hodnocení čistoty preparátů TLC celkem 2,50 bodu

v případě nečitelnosti TLC není možné za tuto část udělit žádné body

celkem 4,00 bodu

7) Rovnice:



za správně sestavenou a vyčíslenou rovnici udělit 0,50 bodu (dílčí body se neudělují)

celkem 0,25 bodu

8) 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 technika práce v digestoři/nezajištění dostatečného větrání apod.
- 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
- nesprávná nebo nebezpečná technika vytřepávání (zejm. absence uvolňování přetlaku apod.)
- nebezpečná manipulace s injekčními stříkačkami
- nesprávné nakládání s odpady

Doplnění chemikálií či vzorku je sankcionováno ztrátou 1,00 bodu za každou doplněnou chemikálii.

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 techniku se udělí maximálně 1,50 bodu (celkový počet bodů nemůže být záporný)

celkem 1,50 bodu

Úloha 2 Stanovení vanilinu oxidační metodou**15 bodů**

- 1) Uvedení přesných navážek/objemů/koncentrací použitých chemikálií/vzorků/odměrných roztoků:

tato úloha není bodově hodnocena

- 2) Vyhodnocení titrační křivky a hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku HCl při potenciometrickém stanovení:

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 referenční spotřebou $V(\text{stud,ref})$.

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

Hodnota $V(\text{stud,ref})/\text{ml}$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})/\text{ml}$ a hodnot navážek samotného vzorku vanilinu $m(\text{vanilin,stud})/\text{g}$ a $m(\text{vanilin,org})/\text{g}$:

$$V(\text{stud,ref}) = V(\text{org}) \cdot \frac{c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH,pip.}} - 5 \cdot \frac{m(\text{vanilin, stud})}{M_{\text{vanilin}}}}{c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH,pip.}} - 5 \cdot \frac{m(\text{vanilin, org})}{M_{\text{vanilin}}}}$$

Ve výše uvedeném vztahu je c_{NaOH} molární koncentrace použitého odměrného roztoku hydroxidu sodného v jednotkách mol dm^{-3} , $V_{\text{NaOH,pip.}} = 20,00 \cdot 10^{-3} \text{ dm}^3$ a $M_{\text{vanilin}} = 152,15 \text{ g mol}^{-1}$.

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 1,2 \text{ ml}$	$1,2 \text{ ml} \leq \Delta V$
4 body	$(4,8 - 4 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu**za přesnost stanovení maximálně 4,00 bodu***celkem 5,00 bodu**

- 3) Vyhodnocení titrační křivky a hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku HCl při konduktometrickém stanovení:

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 vhodného proložení přímek a analytického určení jejich průsečíku 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 referenční spotřebou $V(\text{stud,ref})$.

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

Hodnota $V(\text{stud,ref})/\text{ml}$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})/\text{ml}$ a hodnot navážek samotného vzorku vanilinu $m(\text{vanilin,stud})/\text{g}$ a $m(\text{vanilin,org})/\text{g}$:

$$V(\text{stud, ref}) = V(\text{org}) \cdot \frac{c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH,pip.}} - 5 \cdot \frac{m(\text{vanilin, stud})}{M_{\text{vanilin}}}}{c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH,pip.}} - 5 \cdot \frac{m(\text{vanilin, org})}{M_{\text{vanilin}}}}$$

Ve výše uvedeném vztahu je c_{NaOH} molární koncentrace použitého odměrného roztoku hydroxidu sodného v jednotkách mol dm^{-3} , $V_{\text{NaOH,pip.}} = 20,00 \cdot 10^{-3} \text{ dm}^3$ a $M_{\text{vanilin}} = 152,15 \text{ g mol}^{-1}$.

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 1,2 \text{ ml}$	$1,2 \text{ ml} \leq \Delta V$
4 body	$(4,8 - 4 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu

za přesnost stanovení maximálně 4,00 bodu

celkem 5,00 bodu

4) Výpočty:

Nejprve je nutné provést bilance mezi oxidačními produkty vanilinu a hydroxidem sodným během oxidace vanilinu a rovněž také bilanci mezi kyselinou chlorovodíkovou a hydroxidem sodným během titrace:

$$n_{\text{NaOH,oxidace}} = 5 \cdot n_{\text{vanilin}}$$

$$n_{\text{NaOH,titrace}} = n_{\text{HCl}}$$

Pro celkovou bilanci hydroxidu sodného během oxidace vanilinu platí, že část nadbytečného hydroxidu se spotřebuje na neutralizaci oxidačních produktů vanilinu a reziduální část ($n_{\text{NaOH,res.}}$) zůstane nezreagovaná:

$$n_{\text{NaOH,total}} = n_{\text{NaOH,oxidace}} + n_{\text{NaOH,res.}}$$

Vzhledem ke stechiometrii a faktu, že z reziduálního NaOH je následně odebrán 1/10 alikvotní podíl, je celková bilance:

$$n_{\text{NaOH,total}} = 5 \cdot n_{\text{vanilin}} + 10 \cdot n_{\text{HCl}}$$

Následně vyjádříme hmotnost vanilinu ve vzorku:

$$c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = 5 \cdot \frac{m_{\text{vanilin}}}{M_{\text{vanilin}}} + 10 \cdot c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}}$$

$$m_{\text{vanilin}} = \frac{1}{5} \cdot M_{\text{vanilin}} \cdot (c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} - 10 \cdot c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}})$$

Hmotnostní zlomek vanilinu je pak dán jako:

$$w_{\text{vanilin}} = \frac{m_{\text{vanilin}}}{m_{\text{vzorek}}} = \frac{\frac{1}{5} \cdot M_{\text{vanilin}} \cdot (c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} - 10 \cdot c_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}})}{m_{\text{vzorek}}}$$

za správnou bilanci celkového látkového množství NaOH 0,50 bodu

za správnou stechiometrii reakce mezi vanilinem a NaOH 0,25 bodu

za správnou stechiometrii reakce mezi kyselinou chlorovodíkovou a NaOH 0,25 bodu

za zohlednění alikvotního podílu reziduálního NaOH 0,50 bodu

za správný přepočtení látkového množství na hmotnost 0,25 bodu

za správný postup výpočtu hmotnostního zlomku 0,25 bodu

za každý numericky správný výsledek hmotnostního zlomku včetně jednotek 0,25 bodu

jakýkoliv jiný správný postup vedoucí ke správnému numerickému výsledku hodnotit plným počtem bodů

celkem 2,50 bodu

5) Rozhodnutí: Potenciometrická indikace.

Zdůvodnění: V rámci potenciometrické titrace je bod ekvivalence zřetelnější.

za správné rozhodnutí včetně zdůvodnění 0,25 bodu

6) Zdůvodnění:

Hodnota vodivosti silně závisí na zředění roztoku. Pokud se titruje méně než 10× koncentrovanějším roztokem, než je analyt, je vliv zředění na vodivost již tak velký, že by mohlo docházet ke zkreslení polohy bodu ekvivalence a tím i značné chybě stanovení.

za smysluplné vysvětlení 0,25 bodu

7) Identifikace plynu: O₂

za správnou identifikaci 0,50 bodu

8) 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 technika práce v digestoři/nezajištění dostatečného větrání apod.
- 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
- nesprávná nebo nebezpečná technika vytřepávání (zejm. absence uvolňování přetlaku apod.)
- nebezpečná manipulace s injekčními stříkačkami
- nesprávné nakládání s odpady

Doplnění chemikálií či vzorku je sankcionováno ztrátou 1,00 bodu za každou doplněnou chemikálii.

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 techniku se udělí maximálně 1,50 bodu
(celkový počet bodů nemůže být záporný)*

celkem 1,50 bodu