



60. ročník

2023/2024

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

1. Praktická část – Řešení

1. PRAKTICKÁ ČÁST**30 BODŮ****Úloha 1 Syntéza lidokainu****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.

Nejprve je nutné provést kontrolu limitujícího reaktantu. V pracovním postupu jsou přímo zohledněna látková množství a je tedy možné prohlásit, že limitujícím reaktantem je 2,6-xylidin. Z limitujícího reaktantu vzniká produkt ve stechiometrickém poměru 1:1, tedy:

$$n_{\text{lidokain}} = n_{2,6\text{-xylidin}} = 24,4 \text{ mmol}$$

Teoretický výtěžek je pak:

$$m_{\text{lidokain,teor}} = n_{\text{lidokain}} \cdot M_{\text{lidokain}} = 24,4 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 243,17 \text{ g mol}^{-1} = 5,93 \text{ g}$$

za správnou identifikaci limitujícího reaktantu 0,25 bodu

za správnou látkovou bilanci mezi limitujícím reaktantem a produktem 0,25 bodu

za jakýkoliv správný postup výpočtu teoretického výtěžku 0,25 bodu

za numericky správný výsledek 0,25 bodu

celkem 1,00 bodu

- 3) Praktický a procentuální výtěžek:

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

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy:

$\Delta \geq 45 \%$	$45 \% \geq \Delta \geq 10 \%$	$10 \% \geq \Delta$
7 bodů	$(0,2 \cdot \Delta - 2)$ bodů	0 bodů

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

za praktický výtěžek maximálně 7,00 bodu

celkem 7,00 bodu

- 4) Popis produktu:

Bílá krystalická látka bez zápachu.

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

celkem 0,25 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 $T_{\text{ref}} = 68 \text{ }^\circ\text{C}$.

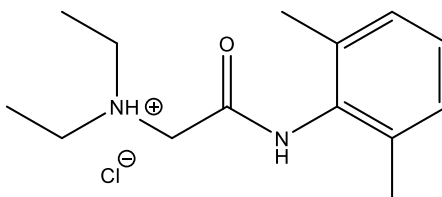
$$\Delta T = \max\{T_{\text{ref}} - T_{\text{m,naměřená,začátek tání}}; T_{\text{m,naměřená,konec tání}} - T_{\text{ref}}\}$$

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

body za bod tání se vypočítají se zaokrouhlením na 0,25 bodu za čistotu produktu na základě naměřeného bodu tání maximálně 4,00 bodu

celkem 4,00 bodu

- 6) Struktura: Jedná se o hydrochlorid lidokainu.



Zdůvodnění rozpustnosti:

Hydrochlorid je iontová látka, která je rozpustná ve vodě (silně polární rozpouštědlo).

*za správnou strukturu 0,25 bodu
za správné zdůvodnění 0,25 bodu*

celkem 0,50 bodu

- 7) Zdůvodnění: Odstranění nežádoucích vedlejších produktů / nezreagovaných výchozích látek.

Nežádoucí látka/ky: Diethylamin a diethylamin hydrochlorid

*za správné zdůvodnění 0,25 bodu
za každou uvedenou látku 0,25 bodu*

celkem 0,75 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 0,50 bodu za každou doplněnou chemikálií.

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 lidokainu v ústním spreji alkalimetry

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 NaOH 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 vypočítané 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 $V(\text{stud, ref})$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory.

$\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$	$0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,5 \text{ ml}$	$0,5 \text{ ml} \leq \Delta V$
9 bodů	$(15 - 30 \cdot \Delta V)$ bodů	0 bodů

*body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu
za přesnost stanovení maximálně 9,00 bodu
za správné odečtení objemu mezi dvěma inflexy 0,50 bodu*

celkem 10,50 bodu

- 3) Výpočty:

Látkové množství lidokain hydrochloridu je ve stechiometrickém poměru 1:1 s hydroxidem sodným, který byl spotřebován na titraci lidokainu:

$$n_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}} = n_{\text{NaOH}}$$

Hmotnost lidokain hydrochloridu v dané pipetáži vzorku je tak:

$$\frac{m_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}}}{M_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}}} = c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}} \rightarrow m_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}} = M_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}} \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}}$$

Hmotnostní koncentrace lidokain hydrochloridu ve vzorku je pak:

$$c_{m, \text{Lid}\cdot\text{HCl}} = \frac{m_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}}}{V_{\text{vzorek}}} = \frac{M_{\text{Lid}\cdot\text{HCl}} \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}}}{V_{\text{vzorek}}}$$

*za správnou stechiometrii titrace 0,50 bodu
za přepočet látkového množství na hmotnost 0,50 bodu
za správný výpočet hmotnostní koncentrace 0,50 bodu
za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,50 bodu
jakýkoliv jiný správný postup vedoucí ke správnému numerickému výsledku hodnotit plným počtem bodů*

celkem 2,00 bodu

4) Zdůvodnění:

Ve struktuře benzoxonium chloridu se nevyskytuje žádný kyselý vodík, jedná se o kvarterní tetraalkylamoniovou sůl.

za správné zdůvodnění 0,25 bodu

5) Navržená metoda:

Celkové látkové množství chloridů je možné stanovit argentometrickou titrací. Spotřeba dusičnanu stříbrného by v tomto případě odpovídala celkovému látkovému množství benzoxonium chloridu a lidokain hydrochloridu. Následně je možné separátně stanovit lidokain hydrochlorid alkalimetricky. Rozdíl v obou stanoveních pak odpovídá benzoxonium chloridu.

za smysluplnou metodu 0,50 bodu

6) Zdůvodnění:

Ethanol podporuje rozpouštění vznikajícího ve vodě rozpustného lidokainu.

za správné zdůvodnění 0,25 bodu

7) 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 byřety)
- 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 0,50 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