



**58. ročník**

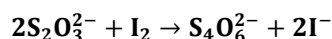
**2021/2022**

**KRAJSKÉ KOLO**

**Kategorie A**

---

**Praktická část – Řešení**

**PRAKTICKÁ ČÁST****40 BODŮ****Úloha 1 Jodometrické stanovení vitamínu C****12 bodů****1) Rovnice**

za rovnicí 0,25 bodu  
za správné vyčíslení 0,25 bodu  
**celkem 0,50 bodu**

**2) Hodnocení spotřeby roztoku thiosíranu**

Předpokládaná spotřeba je 18 ml roztoku  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Přesnou hodnotu (od které se bude počítat bodové hodnocení podle odchylky) stanoví pro konkrétní roztoky experimentálně organizátoři soutěže.

Hodnocení odchylky:

odchylka:	počet bodů:
0,00 – 0,10 ml	7,50
0,10 – 1,10 ml	$7,5 \times (1,10 - \text{odchylka})$
$\geq 1,10$ ml	0

Odchylka rovná a větší než 1,10 ml 0,00 bodu.

**celkem max. 7,50 bodu**

**Hodnocení výpočtu hmotnosti kyseliny L-askorbové**

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

*Modelový výpočet pro spotřebu 18 ml*

Spotřeba 18 ml roztoku  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ( $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) odpovídá

$$n_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = V \cdot c = \frac{18 \text{ ml}}{1000} \cdot 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} = 0,9 \text{ mmol}$$

za výpočet  $n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  0,50 bodu

Pipetované množství roztoku jódu ( $c = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) odpovídá

$$n_{\text{I}_2} = V \cdot c = \frac{25 \text{ ml}}{1000} \cdot 0,05 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} = 1,25 \text{ mmol}$$

za výpočet  $n(\text{I}_2)$  0,50 bodu

Množství kyseliny L-askorbové odpovídá

$$n_{\text{AK}} = n_{\text{I}_2} - \frac{1}{2} n_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 0,8 \text{ mmol}$$

za bilanci titrace a  $n(\text{AK})$  1,00 bodu

Ve 100ml odměrné baňce je 4x tolik kyseliny L-askorbové, než bylo pipetováno, což odpovídá  $4 \cdot 0,8 = 3,2$  mmol. Hmotnost je:

$$m = n \cdot M = 3,2 \cdot 176,12 = 563,6 \text{ mg}$$

za numericky správný výsledek ředění 0,50 bodu  
za numericky správný výsledek hmotnosti 0,50 bodu

**celkem 3,00 bodu**

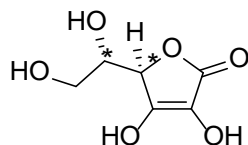
plný počet bodů bude udělen i za jakýkoli jiný postup výpočtu vedoucí ke správnému výsledku

### 3) Na jakém principu funguje škrobový indikátor?

V bodě ekvivalence vznikající trijodidový anion vytváří tmavě modrý komplex se škrobem, konkrétně s  $\alpha$ -amylósou.

za správnou odpověď **0,50 bodu**

### 4) Ve vzorci kyseliny L-askorbové vyznačte hvězdičkou stereogenní centrum/centra.



za každý správně označený atom 0,25 bodu  
za každý špatně označený atom -0,25 bodu  
celkem min. 0,00 bodu a max. **0,50 bodu**

**Úloha 2 Jak vyčistit acetanilid****28 bodů**

- 1) Srovnáním retenčních faktorů neznámých vzorků 1–3 a vámi rekrystalizovaného acetanilidu určete, který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje acetanilid, a svůj závěr vysvětlete.

Acetanilid je obsažen ve vzorku č. 2. Má stejný retenční faktor jako rekrystalizovaný acetanilid.

za správnou odpověď **2,00 bodu**

- 2) Který z neznámých vzorků 1–3 obsahuje 1,4-dibrombenzen a který kyselinu salicylovou? Svě rozhodnutí zdůvodněte.

1,4-Dibrombenzen je obsažen ve vzorku č. 1 a kyselina salicylová ve vzorku č. 3. 1,4-Dibrombenzen je ve srovnání s kyselinou salicylovou nepolární, a je tudíž unášen rychleji mobilní fází – má vyšší hodnotu retenčního faktoru. Kyselina salicylová je polární, a zůstane proto poblíž startu.

za každou správnou odpověď **1,50 bodu**  
**celkem 3,00 bodu**

- 3) Vypočítejte hodnotu  $R_f$  vzorku 2.

$$R_f = a / b = 4,00 / 5,20 = 0,77$$

*1,00 bodu za správný postup výpočtu*

*Poznámka: uvedená hodnota 0,77 závisí na hodnotách a, b. Hodnoty studentů se mohou lišit, 1 bod je udělen za správný postup výpočtu.*

*3,00 bodu pro  $R_f$  v rozmezí 0,67–0,87; 1,50 bodu pro  $R_f$  0,87–0,92 nebo 0,62–0,67; 0,00 bodu pro  $R_f$  mimo tyto intervaly*

**celkem max. 4,00 bodu**

- 4) Podle TLC určete, zda se vám podařilo krystalizací oddělit všechnu kyselinu salicylovou od acetanilidu.

Ano/Ne

**2,00 bodu** podle odpovědi v souladu s TLC analýzou

- 5) Před opuštěním pracovního místa připravte vedle sebe Petriho misku (1) s filtračním papírem obsahujícím nečistoty, Petriho misku (2) s rekrystalizovaným acetanilidem, TLC destičku/y a pracovní listy.

- Filtrační papír (1), správně poskládaný (*1,00 bodu*), obsahuje zachycený písek a aktivní uhlí (*1,00 bodu*), není protržený (*1,00 bodu*) *max. 3,00 bodu*
- Filtrační papír (2): není protržený (*1,00 bodu*) *max. 1,00 bodu*
- Čistota acetanilidu: čistě bílý, bez mechanických nečistot *5,00 bodu*; našedlý, obsahuje menší množství aktivního uhlí nebo písku *2,50 bodu*; obsahuje přibližně stejné množství nečistot jako výchozí směs *0,00 bodu* *max. 5,00 bodu*
- Množství acetanilidu: vzhledem k tomu, že z časových důvodů není možné vzorky sušit, hodnotíme pouze vizuálně. Obvyklé výtěžky při filtraci a krystalizaci acetanilidu jsou 60–70%, tj. lze očekávat, že studenti obdrží cca 1,3 g. Vizuálně dostatečné množství *3,00 bodu*, velké ztráty (odhadované množství produktu pod 0,5 g) *1,50 bodu*, neodevzdaný produkt *0,00 bodu* *max. 3,00 bodu*
- TLC destička: popisky *1,00 bodu*, čistota provedení\* *4,00 bodu* *max. 5,00 bodu*

\* čistota provedení: TLC destička není poničená, poškrábaná, nemá poničené rohy ani sedřenou silikagelovou vrstvu v místě nanášení vzorků, skvrny nanesených látek jsou pod UV světlem dobře viditelné, nejsou příliš velké, rozmyté ani slité dohromady a na destičce nejsou žádné další skvrny

**celkem max. 17,00 bodu**

Neznámé vzorky:

- 1: 1,4-dibrombenzen
- 2: acetanilid
- 3: kyselina salicylová

Poznámky:

- 1,4-Dibrombenzen migruje téměř s čelem. Pokud nenecháte nanesenou skvrnu dobře zaschnout, bude migrovat přímo v čele a dojde k jeho rozmytí do stran. I tak je ale skvrna patrná, obzvláště uvědomíte-li si, že se jedná o nepolární látku a musíte ji hledat u čela.
- Kyselina salicylová tvoří silné vodíkové vazby se silikagelem. Důsledkem této interakce je, že jednak migruje minimálně a jednak dochází k rozmytí skvrny po délce. Retenční faktor v tomto případě značně záleží na množství nanesené látky. Látka navíc pod UV světlem svítí modře, a skvrna tak má zcela jiný charakter než zbývající dvě látky.
- Podařilo-li se vám krystalizací zcela oddělit kyselinu salicylovou, bude vzorek V obsahovat jen jednu skvrnu se stejným retenčním faktorem jako vzorek 2. Případná zbytková kyselina salicylová se projeví modře svítící skvrnou v oblasti startu (z důvodu zředění může mít zdánlivě nižší  $R_f$  než vzorek 3).

