



60. ročník

2023/2024

NÁRODNÍ KOLO

Kategorie E

2. Praktická část – Řešení

2. PRAKTICKÁ ČÁST**30 BODŮ****Úloha 1 Syntéza sulfathiazolu****16 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 se provede kontrola limitujícího reaktantu – těmi z hlediska povahy úlohy mohou být 2-aminothiazol nebo *p*-acetamidobenzensulfonylchlorid. Jejich látkové množství předložené do reakce je:

$$n_{2\text{-aminothiazol}} = \frac{m_{2\text{-aminothiazol}}}{M_{2\text{-aminothiazol}}} = \frac{1,50 \text{ g}}{100,14 \text{ g mol}^{-1}} = 0,0150 \text{ mol}$$

$$n_{\text{p-acetamidobenzensulfonylchlorid}} = \frac{m_{\text{p-acetamidobenzensulfonylchlorid}}}{M_{\text{p-acetamidobenzensulfonylchlorid}}} = \frac{3,75 \text{ g}}{233,67 \text{ g mol}^{-1}} = 0,0160 \text{ mol}$$

Limitujícím reaktantem je tedy 2-aminothiazol. Stechiometrie mezi limitujícím reaktantem a produktem je 1:1, můžeme tedy psát:

$$n_{\text{sulfathiazol}} = n_{2\text{-aminothiazol}} = 0,0150 \text{ mol}$$

Teoretický výtěžek je potom:

$$m_{\text{sulfathiazol, teor.}} = n_{\text{sulfathiazol}} \cdot M_{\text{sulfathiazol}} = 0,0150 \text{ mol} \cdot 255,31 \text{ g mol}^{-1} = 3,83 \text{ g}$$

*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:

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

Hodnocení procentuálního výtěžku syntézy:

| | | |
|---------------------|-------------------------------|--------------------|
| $\Delta \geq 30 \%$ | $30 \% \geq \Delta \geq 5 \%$ | $5 \% \geq \Delta$ |
| 5 bodů | $(0,2 \cdot \Delta - 1)$ 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:

Běžová prášková látka bez zápachu či s mírným dráždivým zápachem.

za popis všech atribut (barva, skupenství a zápach) celkem 0,25 bodu (dílní 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 $T_{\text{ref}} = 202\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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

| $\Delta T \leq 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ | $4\text{ }^{\circ}\text{C} \geq \Delta T \geq 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ | $\Delta T \geq 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ |
|---|--|---|
| 4 body | $(8 - \Delta T)$ 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) 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:

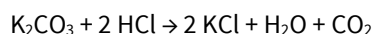
| | |
|---|-----------|
| Vzorek vlastního produktu obsahuje pouze jednu skvrnu (produkt není kontaminován výchozí látkou ani jiným kontaminantem). | 1,25 bodu |
| Vzorek standardu 2-sulfathiazolu obsahuje pouze jednu odpovídající skvrnu a není kontaminován žádnou jinou látkou. | 0,25 bodu |
| Vzorek standardu sulfathiazolu obsahuje pouze jednu odpovídající skvrnu a není kontaminován žádnou jinou látkou | 0,25 bodu |
| Vzorek meziprojektu není kontaminován 2-aminothiazolem, sulfathiazolem ani jinou další cizí látkou. | 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) Vysvětlení:

Vzhledem k tomu, že při kondenzaci vzniká chlorovodík, který by následně mohl způsobovat předčasnou hydrolyzu vznikajícího meziprojektu, je třeba jej odstraňovat právě přidavkem bezvodého K_2CO_3 .



za správné vysvětlení 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 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

Úloha 2 Stanovení sulfathiazolu v komerčním vzorku alkalimetry 14 bodů

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

tato úloha není bodově hodnocena

- 2) Hodnocení přesnosti spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného:

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 $V(\text{stud, ref})$ se určí pomocí spotřeby stanovené organizátory $V(\text{org})$ a hodnot navážek vzorku, kterou použili soutěžící a organizátoři $m(\text{vz, stud})$ a $m(\text{vz, org})$:

$$V(\text{stud, ref}) = \frac{m(\text{vz, stud})}{m(\text{vz, org})} \cdot V(\text{org})$$

Vzhledem k tomu, že se hodnotí pouze spotřeba na vlastní vzorek sulfathiazolu, je potřeba hodnotit spotřeby, které odpovídají

$$V = V_{\text{titrace}} - V_{\text{slepý pokus}}$$

| $\Delta V \leq 0,2 \text{ ml}$ | $0,2 \text{ ml} \leq \Delta V \leq 0,6 \text{ ml}$ | $0,6 \text{ ml} \leq \Delta V$ |
|--------------------------------|--|--------------------------------|
| 9 bodů | (13,5– 22,5 · ΔV) bodů | 0 bodů |

body se uvádějí se zaokrouhlením s přesností na 0,25 bodu za uvážení rozdílu spotřeb mezi slepým pokusem a samotnou titrací 0,50 bodu za přesnost stanovení maximálně 9,00 bodu

celkem 9,50 bodu

- 3) Výpočet:

Látková bilance mezi sulfathiazolem jako jednosytnou kyselinou a hydroxidem sodným je 1:1, tedy:

$$n_{\text{H-STHZ}} = n_{\text{NaOH}}$$

Hmotnost sulfathiazolu v titrační baňce je pak:

$$\frac{m_{\text{sulfathiazol, tit. baňka}}}{M_{\text{sulfathiazol}}} = c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}} \rightarrow$$

$$\rightarrow m_{\text{sulfathiazol, tit. baňka}} = M_{\text{sulfathiazol}} \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}}$$

Vzhledem k ředění vzorku je hmotnost sulfathiazolu v komerčním preparátu celkem 5× vyšší:

$$m_{\text{sulfathiazol, vzorek}} = 5 \cdot M_{\text{sulfathiazol}} \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}}$$

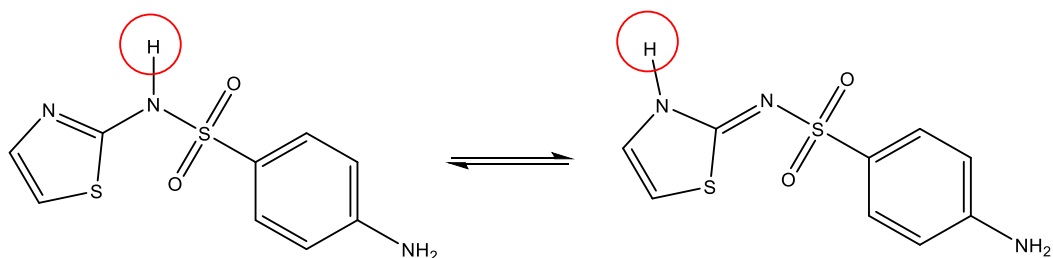
Hmotnostní zlomek sulfathiazolu v komerčním preparátu je pak:

$$w_{\text{sulfathiazol}} = \frac{m_{\text{sulfathiazol, vzorek}}}{m_{\text{vzorek}}} = \frac{5 \cdot M_{\text{sulfathiazol}} \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH, přijatá}}}{m_{\text{vzorek}}}$$

*za správnou stechiometrii titrace 0,25 bodu
za přepočítání látkového množství na hmotnost 0,25 bodu
za správné zohlednění ředění 0,25 bodu
za správný výpočet hmotnostního zlomku 0,25 bodu
za numericky správný výsledek včetně jednotek 0,25 bodu
jakýkoliv jiný správný postup vedoucí ke správnému numerickému výsledku hodnotit plným počtem bodů*

celkem 1,25 bodu

4) Struktury tautomerů s vyznačenými atomy H:

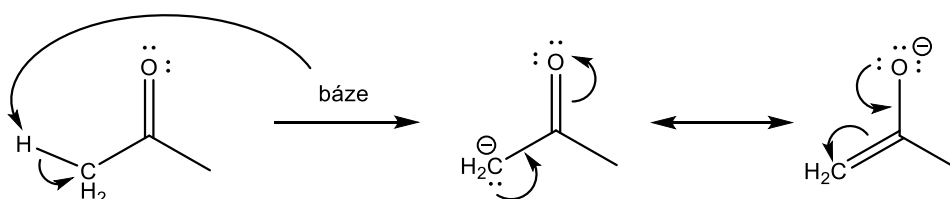


za každou správnou strukturu s vyznačeným atomem H 0,50 bodu

celkem 1,00 bodu

5) Vysvětlení:

Aceton je mírně kyselý, protože jeho anion je následně stabilizovaný rezonancí.



za správné vysvětlení 0,50 bodu

6) Navržený indikátor:

Je možné navrhnout jakýkoliv indikátor, které má pH svého barevného přechodu v bazické oblasti, tedy např. fenolftalein, *o*-kresolftalin apod.

za správně navržený indikátor 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 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 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