



**60. ročník**

**2023/2024**

**KRAJSKÉ KOLO**

**Kategorie E**

---

**Praktická část – Zadání**

60 bodů, 180 minut + 10 minut čtení



## PRAKTICKÁ ČÁST

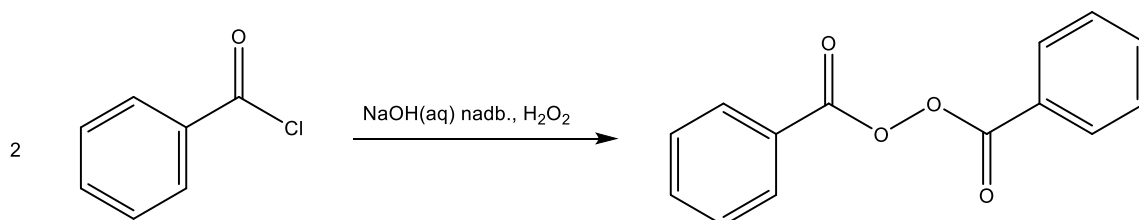
## 60 BODŮ

### Úloha 1 Syntéza dibenzoylperoxidu

### 30 bodů

Dibenzoylperoxid ((C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CO)<sub>2</sub>O<sub>2</sub>,  $M = 242,23 \text{ g mol}^{-1}$ ) je léčivo ze skupiny dermatologik, které se používá pro léčbu akné. Další využití nachází mj. v organické syntéze jako iniciátor radikálových reakcí a používá se i jako bělicí činidlo (vlasy, kůže, látky apod.) a desinfekční činidlo.

Syntéza dibenzoylperoxidu spočívá v reakci benzoylchloridu s peroxidem vodíku v bazickém prostředí:



V následující úloze provedete:

- Syntézu dibenzoylperoxidu z benzoylchloridu v bazickém roztoku peroxidu vodíku.
- Stanovení čistoty připraveného preparátu pomocí tenkovrstvé chromatografie.

#### Pomůcky

• lihový fix a tužka	• papírové utěrky
• stříčka s destilovanou vodou	• ochranné rukavice
• magnetická míchačka	• magnetické míchadlo
• kádinka 100 ml (4×)	• kádinka 250 ml na TLC
• odměrný válec 10 ml	• odměrný válec 50 ml
• plastová miska na ledovou lázeň (2×)	• plastové kapátko (2×)
• hodinové sklo na přikrytí 100ml kádinky	• injekční stříkačka 2 ml s jehlou
• injekční stříkačka 5 ml s jehlou	• skleněná tyčinka
• Büchnerova nálevka	• filtrační papír
• nůžky	• odsávací baňka 500 ml
• gumové těsnění na odsávací baňku	• zdroj vakua
• výrobek ledu	• předvážky s přesností 0,01 g
• dvojice kompatibilních Petriho misek na produkt	• hodinové sklo na přikrytí kádinky pro TLC
• zkumavky nebo vialky pro TLC analýzu (4×)	• skleněná kapilára nebo Pasteurova pipeta
• TLC destička s UV indikátorem 254 nm (cca 2,5×6 cm)	• UV lampa 254 nm pro vyhodnocení TLC
• pinzeta	• stojan
• křížová svorka	• klema na NZ 29/32
• lžička a špachtle	•



## Chemikálie

- peroxid vodíku  $\text{H}_2\text{O}_2$ , konc. ( $w = 30\%$ ,  $\rho = 1,11 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $M = 34,01 \text{ g mol}^{-1}$ ) v injekční stříkačce s krytou jehlou
- hydroxid sodný  $\text{NaOH}$  1M roztok v zásobní lahvičce
- benzoylchlorid  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$  č. ( $\rho = 1,21 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $M = 140,57 \text{ g mol}^{-1}$ ) v injekční stříkačce
- ethanol  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  techn. v zásobní lahvičce
- aceton  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$  č. ve stříčce
- destilovaná voda
- mobilní fáze toluen-dichlormethan-kyselina octová (50:2:1 obj.) v zásobní lahvičce
- dibenzoylperoxid  $(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_2$  č., standard pro TLC ve společné zásobní lahvičce
- kyselina benzoová  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$  č., standard pro TLC ve společné zásobní lahvičce

Chemikálie	H-věty
peroxid vodíku 30%	H272 Může zesílit požár; oxidant. H302 Zdraví škodlivý při požití. H318 Způsobuje vážné poškození očí. H332 Zdraví škodlivý při vdechování.
hydroxid sodný 1M	H290 Může být korozivní pro kovy. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí.
benzoylchlorid	H302 Zdraví škodlivý při požití. H312 Zdraví škodlivý při styku s kůží. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí. H317 Může vyvolat alergickou kožní reakci. H331 Toxický při vdechování.
ethanol	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
aceton	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.
toluen	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H304 Při požití a vniknutí do dýchacích cest může způsobit smrt. H315 Dráždí kůži. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. H361 Podezření na poškození reprodukční schopnosti nebo plodu v těle matky. H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici.
dichlormethan	H315 Dráždí kůži. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. H351 Podezření na vyvolání rakoviny.
kyselina octová	-
dibenzoylperoxid	H241 Zahřívání může způsobit požár nebo výbuch. H317 Může vyvolat alergickou kožní reakci. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H410 Vysoce toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
kyselina benzoová	H318 Způsobuje vážné poškození očí. H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.



## Pracovní postup

### Příprava dibenzoylperoxidu

- Do kádinky o objemu 100 ml přidejte injekční stříkačkou 1,0 ml koncentrovaného peroxidu vodíku a následně přidejte pomocí odměrného válce 15 ml 1M roztoku NaOH. Roztok dobře promíchejte a ochladte v ledové lázni na teplotu přibližně 5 – 10 °C.
- Do jiné kádinky o objemu 100 ml opatřené magnetickým míchadlem přidejte injekční stříkačkou 2,2 ml benzoylchloridu. Kádinku přikryjte hodinovým sklem a zahajte míchání.
- K míchanému benzoylchloridu přidávejte po kapkách (rychlostí přibližně 5 ml za minutu) bazický roztok peroxidu vodíku.
- Po ukončení přidavku ponechte směs na magnetické míchačce míchat přibližně po dobu 45 minut.
- Reakční směs následně ochladte v ledové lázni, vyloučí se bílá vločkovitá látka. V některých případech je nutné intenzivněji třít skleněnou tyčinkou o stěny kádinky, aby se usnadnila krystalizace – zejména pak v případech, kdy vzniká olejovitá vrstva produktu, která nejeví ochotu ke krystalizaci.
- Vyloučený produkt odfiltrujte na Büchnerově nálevce a filtrační koláč promyjte 3× 20 ml ledové destilované vody a následně 2× 5 ml ledové směsi ethanol-voda (1:1 obj). Snažte se produkt na filtru co nejvíce rozprostřít, aby došlo k dobrému vysušení.
- Produkt na filtru ponechte prosávat vzduchem nejméně 30 minut, aby došlo k vysušení produktu.
- Vysušený produkt zvažte a zapište si výtěžek.
- Produkt uchovejte mezi dvěma uzavřenými Petriho miskami, které označíte pomocí lihového fixu vaším soutěžním číslem.
- Odpady ze syntézy můžete likvidovat do výlevky.

### Charakterizace produktu

- S výsledným produktem realizujte TLC analýzu (rozpouštědlo: aceton, mobilní fáze toluen-dichlormethan-kyselina octová 50:2:1 obj.) oproti kyselině benzoové a standardu produktu.
- TLC destičku vyhodnoťte pod UV lampou 254 nm, skvrny na TLC zakreslete a destičku popsanou vaším startovním číslem odevzdejte doзору v laboratoři.

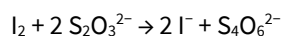
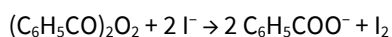
### Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) **Do pracovního listu uveďte přesné objemy konc. peroxidu vodíku a benzoylchloridu, které jste použili pro syntézu.**
- 2) **Vypočítejte teoretický výtěžek produktu.**
- 3) **Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.**
- 4) **Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).**
- 5) **Vyhodnoťte TLC výchozí látky a produktu – počet skvrn, jejich retenční faktory a pravděpodobné složení. Vyjádřete se k čistotě produktu reakce. TLC přiložte k pracovnímu listu.**
- 6) **Dibenzoylperoxid se při styku s vlhkostí poměrně ochotně rozkládá za vzniku kyseliny benzoové. Chemickou rovnicí popište tento rozklad.**
- 7) **Objasněte, jak může dibenzoylperoxid sloužit jako iniciátor radikálových reakcí.**
- 8) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**

**Úloha 2 Stanovení dibenzoylperoxidu v krému na akné jodometricky****30 bodů**

Dibenzoylperoxid ((C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CO)<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, M = 242,23 g mol<sup>-1</sup>) je běžnou součástí krémů na akné, kde způsobuje vysušení kůže, její následně olupování a rychlejší výměnu pokožky a zároveň působí mikrobiálně. Podobně jako v jiných léčivých přípravcích je ale nutné kontrolovat jeho obsah v daném preparátu.

Stanovení dibenzoylperoxidu je založeno na jeho oxidačních schopnostech. Dibenzoylperoxid kvantitativně oxiduje jodid na jod, který je možné stanovit titrací thiosíranem sodným:



V následující úloze provedete:

- Přípravu vzorku masti Akneroxid 10<sup>®</sup> pro stanovení dibenzoylperoxidu jako aktivní substance jodometrickou titrací.
- Jodometrické stanovení obsahu dibenzoylperoxidu v připraveném vzorku masti Akneroxid 10<sup>®</sup> s vizuální indikací bodu ekvivalence.

**Pomůcky**

• lihový fix a tužka	• papírové utěrky
• stříčka s destilovanou vodou	• ochranné rukavice
• skleněná tyčinka	• plastové kapátko (3×)
• odměrný válec 10 ml	• odměrný válec 50 ml
• odměrný válec 100 ml	• nálevka hladká
• odměrná baňka 100 ml se zátkou	• stojan
• křížová svorka	• držák na byretu
• malá nálevka na doplnění byrety	• byreta 25 ml
• kádinka 100 ml (3×)	• kádinka 150 ml
• kádinka 400 ml (2×)	• pipeta nedělená 20 ml
• pipetovací balonek	• titrační baňka 250 ml (3×)

**Chemikálie**

- vzorek přibližně 4,0 g masti Akneroxid 10<sup>®</sup> navážený na analytických vahách s přesně vyznačenou hmotností v 50/100ml uzátkované Erlenmeyerově baňce obalené alobalem
- dimethylformamid HCON(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> č. v zásobní lahvičce
- aceton (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO č. v zásobní lahvičce
- thiosíran sodný Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,05M odměrný roztok (přesná koncentrace je uvedena na zásobní lahvi)
- jodid draselný KI, 50% (w/v) vodný roztok v zásobní lahvičce
- destilovaná voda
- škrobový maz (indikátor) v zásobní lahvičce



Chemikálie	H-věty
dibenzoylperoxid	H241 Zahřívání může způsobit požár nebo výbuch. H317 Může vyvolat alergickou kožní reakci. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H410 Vysoce toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
dimethylformamid	H226 Hořlavá kapalina a páry. H312 Zdraví škodlivý při styku s kůží. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H332 Zdraví škodlivý při vdechování. H360 Může poškodit reprodukční schopnost nebo plod v těle matky.
aceton	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.
thiosíran sodný 0,05M	-
jodid draselný 50%	H372 Způsobuje poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici.
škrobový maz	-

## Pracovní postup

### Příprava vzorku

- V malé uzátkované Erlenmeyerově baňce obalené alobalem máte přesně navážený vzorek masti s obsahem dibenzoylperoxidu. Přesná hmotnost je napsána na baňce, opište ji do pracovního listu.
- Vzorek přímo v baňce za intenzivního protřepávání rozpustíte v 50-60 ml dimethylformamidu (vzorek může být mírně zakalen, není to na škodu stanovení, nesmí se v něm však vyskytovat pevná rezidua). Rozpuštěný vzorek kvantitativně převedte do odměrné baňky o objemu 100 ml.
- Erlenmeyerovu baňku řádně vypláchněte dimethylformamidem, abyste zajistili skutečně kvantitativní převedení vzorku do odměrné baňky a odměrnou baňku doplňte po rysku dimethylformamidem a řádně homogenizujte.

### Stanovení obsahu dibenzoylperoxidu ve vzorku masti na akné

- Sestavte si titrační aparaturu a byretu si naplňte odměrným roztokem thiosíranu sodného o koncentraci  $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ .
- Z připraveného vzorku si odpipetujte 20,00 ml do titrační baňky, přidejte 20 ml acetonu, 3 ml 50% (w/v) roztoku jodidu draselného a řádně promíchejte a nechte 1 minutu stát.
- Do titrační baňky následně přidejte 100 ml destilované vody a obsah titrační baňky okamžitě titrujte 0,05M roztokem thiosíranu sodného z byrety do žlutého zbarvení.
- Následně přidejte do titrační baňky 5 ml roztoku škrobu a tmavě zbarvený roztok dotitrujte do odbarvení škrobu.
- Titraci proveďte nejméně třikrát a spotřeby si zaznamenejte do pracovního listu.

### Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) Do pracovního listu uveďte přesnou hmotnost navážky masti Akneroxid 10<sup>®</sup> a rovněž přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného.
- 2) Do tabulky v pracovním listu uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného a запиšte přijatou hodnotu spotřeby thiosíranu sodného.
- 3) Vypočítejte hmotnostní zlomek dibenzoylperoxidu v předloženém vzorku masti.



- 4) Z jakého důvodu je nutné, aby byl vzorek masti uchován v baňce obalené alobalem?
- 5) Ve struktuře dibenzoylperoxidu a benzoátu vyznačte oxidační čísla na atomech kyslíku.
- 6) Nakreslete strukturní elektronový vzorec thiosíranového a tetrathionanového aniontu. Na všech atomech síry určete oxidační stav těchto atomů.
- 7) Jak byste připravili 100 ml 50% (w/w) roztok KI? Vypočítejte potřebnou navážku KI a objem vody, které k jeho přípravě použijete. Hustota 50% (w/w) roztoku KI činí  $1,55 \text{ g cm}^{-3}$ .
- 8) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

**PRACOVNÍ LIST****60 BODŮ****Úloha 1      Syntéza dibenzoylperoxidu****30 bodů****1) Uveďte přesné objemy konc. peroxidu vodíku a benzoylchloridu, které jste použili pro syntézu.**

Přesný objem použitého konc. peroxidu vodíku: \_\_\_\_\_

Přesný objem použitého benzoylchloridu: \_\_\_\_\_

**2) Vypočítejte teoretický výtěžek produktu.**

Výpočty:

Teoretický výtěžek dibenzoylperoxidu :

**body:****3) Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.**

Praktický výtěžek:

Procentuální výtěžek:

**body:**



**4) Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).**

Popis produktu:

**body:**

**5) Vyhodnoťte TLC výchozí látky a produktu – počet skvrn, jejich retenční faktory a pravděpodobné složení. Vyjádřete se k čistotě produktu reakce. TLC přiložte k pracovnímu listu.**

Vyhodnocení TLC:

Vzorek	Počet skvrn	$R_F$ / 1 pro jednotlivé skvrny
standard dibenzoylperoxidu		
standard kyseliny benzoové		
připravený produkt		

Vyjádření k čistotě produktu reakce:

--

<b>body:</b>

6) Dibenzoylperoxid se při styku s vlhkostí poměrně ochotně rozkládá za vzniku kyseliny benzoové. Chemickou rovnicí popište tento rozklad.

Rovnice:
<b>body:</b>

7) Objasněte, jak může dibenzoylperoxid sloužit jako iniciátor radikálových reakcí.

Objasnění:
<b>body:</b>

8) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

Seznam prohřešků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor/dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.
<b>body:</b>

**Úloha 2 Stanovení dibenzoylperoxidu v krému na akné****30 bodů**

- 1) Uveďte přesnou hmotnost navážky masti Akneroxid 10<sup>®</sup> a rovněž přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného.

Přesná hmotnost navážky masti Akneroxid 10<sup>®</sup>: \_\_\_\_\_

Přesná koncentrace odměrného roztoku thiosíranu sodného: \_\_\_\_\_

- 2) Uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného a запиšte přijatou hodnotu spotřeby thiosíranu sodného.

Spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného:

$V_1 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_2 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_3 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$(V_4 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-})) / \text{ml}$	$V_{\text{přijata}} (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$

**body:**

- 3) Vypočítejte hmotnostní zlomek dibenzoylperoxidu v předloženém vzorku masti.

Výpočty:

 $w(\text{dibenzoylperoxid}) =$ **body:**



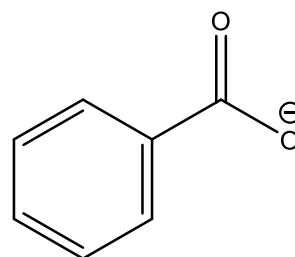
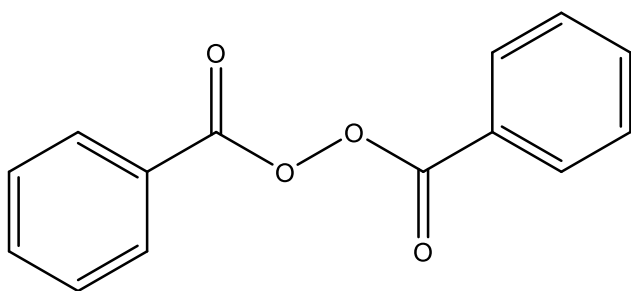
4) Z jakého důvodu je nutné, aby byl vzorek masti uchován v baňce obalené alobalem?

Zdůvodnění:

body:

5) Ve struktuře dibenzoylperoxidu a benzoátu vyznačte oxidační čísla na atomech kyslíku.

Vyznačení oxidačních čísel:



body:

6) Nakreslete strukturní elektronový vzorec thiosíranového a tetrathionanového aniontu. Na všech atomech síry určete oxidační stav těchto atomů.

Strukturní elektronový vzorec s vyznačením oxidačních čísel na atomech síry:

thiosíranový anion

tetrathionanový anion



