



59. ročník

2022/2023

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie A

Praktická část – Řešení

PRAKTICKÁ ČÁST**20 BODŮ****Úloha 1 Stanovení D-limonenu v pomerančové kůře****10 bodů****0) Provedení experimentu**

Poznámka: Cílem je naučit studenty základní techniky. Provedení proto nebudujeme a body dáváme za to, že danou operaci zvládli. Ve vyšších kolech už bude provedení hodnoceno (*Upozorněte na to studenty*).

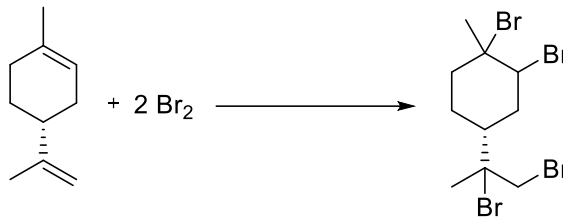
za sestavení aparatury 1,50 bodu

za získání limonenu (množství se nehodnotí) 1,50 bodu

celkem max. 3,00 bodu**1) Rovnice**

za rovnici 0,25 bodu

za vyčíslení 0,25 bodu

celkem 0,50 bodu**2) Rovnice**

za rovnici 0,25 bodu

za vyčíslení 0,25 bodu

celkem 0,50 bodu**Hodnocení spotřeby při titraci**

Konkrétní spotřeba závisí na získaném množství D-limonenu, jelikož jeho zastoupení v pomerančové kůře se může značně lišit. Konkrétní správná spotřeba se odhadne na základě zjištěného objemu získaného D-limonenu následovně:

$$\begin{aligned} V(\text{KBrO}_3) &= \frac{2}{3} \cdot \frac{n(\text{limonen})}{c(\text{KBrO}_3)} \cdot \frac{V(\text{pipetovaný})}{V(\text{odm. baňka})} = \frac{2}{3} \cdot \frac{V(\text{limonen}) \cdot \rho(\text{limonen})}{c(\text{KBrO}_3) \cdot M(\text{limonen})} \cdot \frac{V(\text{pipetovaný})}{V(\text{odm. baňka})} \\ &= \frac{2}{3} \cdot \frac{V(\text{limonen}) \cdot 841}{c(\text{KBrO}_3) \cdot 136,24} \cdot \frac{V(\text{pipetovaný})}{250} \end{aligned}$$

Oba objemy dosadíte v mililitrech, koncentraci v molech na litr a výsledný objem vyjde přímo v mililitrech.

Skutečná spotřeba bude mírně vyšší vlivem části limonenu, který se nesloučil s horní vrstvou. Ve školním kole není hodnocena správnost výsledku, ale ve vyšších kolech už hodnocena bude (*Upozorněte na to studenty*).

za každou provedenou titraci 1,00 bodu

celkem max. 3,00 bodu

Hodnocení výpočtu molární koncentrace D-limonenu v titrační baňce (pro modelovou spotřebu 10 ml)

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

10 ml roztoku KBrO_3 o koncentraci 0,025 mol/l odpovídá $n(\text{KBrO}_3) = c \cdot V = 0,025 \cdot 0,01 = 0,25 \text{ mmol}$
za výpočet $n(\text{KBrO}_3)$ 0,50 bodu

Z jedné molekuly KBrO_3 vznikají tři molekuly bromu, tedy $n(\text{Br}_2) = 0,75 \text{ mmol}$
za výpočet $n(\text{Br}_2)$ 0,50 bodu

D-Limonen reaguje se dvěma molekulami bromu, proto $n(\text{limonen}) = 0,375 \text{ mmol}$. Koncentrace pipetovaného roztoku, tedy roztoku v odměrné baňce, je:

$$c(\text{vzorek}) = \frac{n}{V} = \frac{0,000375}{0,02} = 0,01875 \text{ mol/l}$$

za výpočet $c(\text{vzorek})$ 0,50 bodu
celkem 1,50 bodu

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

3) Vypočítejte celkovou hmotnost D-limonenu získaného destilací s vodní parou a jeho hmotnostní zastoupení v pomerančové kůře.

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

Hmotnost získaného limonenu se vypočte snadno vynásobením koncentrace roztoku vzorku jeho objemem a molární hmotností limonenu:

$$m(\text{limonen}) = c(\text{vzorek}) \cdot V(\text{vzorek}) \cdot M(\text{limonen}) = 0,01875 \cdot 0,25 \cdot 136,24 = 0,639 \text{ g}$$

Hmotnostní zastoupení limonenu lze získat dělením hmotnosti limonenu hmotností kůry (pro modelovou hmotnost kůry 100 g):

$$w(\text{limonen}) = \frac{m(\text{limonen})}{m(\text{kůra})} = \frac{0,639}{100} = 0,00639 \Rightarrow 0,639 \%$$

za výpočet hmotnosti 0,25 bodu
za výpočet hmotnostního zastoupení 0,25 bodu
celkem 0,50 bodu

4) Vysvětlete, proč se slupky nemají strouhat na papír.

Papír by absorboval D-limonen, a tím by zkreslil výsledek stanovení.

za správnou odpověď 0,25 bodu

5) Isopropylalkohol použitý pro rozpuštění D-limonenu může v případě nižší čistoty zkreslit spotřebu. Navrhněte, jak byste tento efekt mohli při stanovení korigovat.

Efekt isopropylalkoholu lze snadno zjistit slepým pokusem, kdy namísto vzorku do titrační baňky přidáme jen roztok isopropylalkoholu (o koncentraci $i\text{-PrOH}$ odpovídající koncentraci $i\text{-PrOH}$ ve vzorku) a provedeme titraci. Spotřeba by pak odpovídala pouze oxidaci nečistot v isopropylalkoholu.

za správnou odpověď 0,25 bodu

6) Bez destilace s vodní parou by přesnost tohoto stanovení byla mizivá. Napište alespoň dvě běžně se vyskytující látky v citrusech, které by v takovém případě způsobovaly nepřesnost.

Kyselina askorbová, D-glukosa, případně nenasycené mastné kyseliny a jejich estery

za každou sloučeninu 0,25 bodu
celkem max. 0,50 bodu

Úloha 2 Voňavá esterifikace

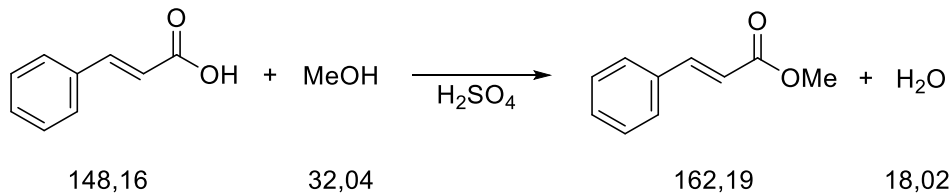
10 bodů

0) Provedení experimentu

Poznámka: Cílem je naučit studenty základní techniky. Provedení proto nebudujeme a body dáváme za to, že danou operaci zvládl. Ve vyšších kolech už bude provedení hodnoceno (*Upozorněte na to studenty*).

za přípravu esteru 2,50 bodu
za rekrytalizaci k. skořicové 2,50 bodu
za provedení TLC analýzy 2,50 bodu
celkem max. 7,50 bodu

1) Vypočítejte teoretický výtěžek esteru v gramech a reálný procentuální výtěžek.



$$n(\text{k. skořicová}) = m / M = 1,0 / 148,16 = 6,75 \text{ mmol}$$

$$n(\text{methanol}) = V \cdot \rho / M = 50 \cdot 0,792 / 32,04 = 1,24 \text{ mol}$$

Klíčovou složkou je tedy k. skořicová.

Teoretický výtěžek:

$$n(\text{ester}) = 6,75 \text{ mmol}$$

$$m(\text{ester}) = n \times M = 0,00675 \times 162,19 = 1,09 \text{ g}$$

Procentuální výtěžek (ukázka výpočtu pro izolovaný výtěžek 0,93 g esteru)

$$0,93 / 1,09 \times 100 \% = 85 \%$$

Poznámka: výtěžek jako takový se nehodnotí, body jsou uděleny jen za správnost výpočtu.

Obvyklé výtěžky studentů se pohybují okolo 80 %.

za teoretický výtěžek 0,50 bodu
za výpočet procentuálního výtěžku 0,50 bodu
celkem 1,00 bodu

2) Vypočítejte hodnoty R_f kyseliny skořicové a jejího esteru.

$$\text{K. skořicová: } R_f = a / b = 4,6 / 6,0 = 0,77$$

$$\text{Ester: } R_f = a / b = 5,3 / 6,0 = 0,88$$

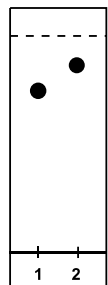
Poznámka: uvedené hodnoty jsou přibližné, záleží na konkrétním provedení.

Bodování k. skořicové:

0,50 bodu pro R_f v rozmezí 0,67–0,87; 0,25 bodu pro R_f 0,57–0,67 nebo 0,87–0,97; jinak 0,00 bodu

Bodování esteru:

0,50 bodu pro R_f v rozmezí 0,77–0,97; 0,25 bodu pro R_f 0,67–0,77 nebo 0,97–1,00; jinak 0,00 bodu



celkem max. 1,00 bodu

- 3) **Napište dva důvody, proč se reakční směs nalévá do roztoku hydrogenuhličitanu sodného. Proč se dále produkt promývá vodou?**

Nalítím reakční směsi do roztoku hydrogenuhličitanu se neutralizuje kyselina sírová a nezreagovaná kyselina skořicová. Promytím vodou se pak odstraní z produktu vzniklé soli.

za správnou odpověď nalévání směsi 0,25 bodu

za promývání vodou 0,25 bodu

celkem 0,50 bodu