

PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 62. ročník – školský rok 2025/26
Krajské kolo

Rastislav Serbin

Maximálne 25 bodov (57 pomocných bodov), 1 pb = 0,4386 b
Doba riešenia: 150 minút

Stanovenie sódy a kyseliny boritej v zmesi

Analytická chémia patrí medzi základné piliere chemických vied, pretože umožňuje získavať spoľahlivé informácie o zložení látok a materiálov. Medzi klasické a dodnes veľmi presné metódy patria objemové (titračné) metódy, založené na presne definovaných chemických reakciách a dôslednom dodržiavaní experimentálneho postupu.

V tejto praktickej úlohe sa budete zaoberať analýzou zmesi dvoch chemicky odlišných látok – uhličitanu sodného a kyseliny boritej. Obe látky majú kyselinovo-zásaditý charakter, avšak ich správanie v roztoku sa podstatne líši. Úlohou riešiteľa je tieto rozdiely vhodne využiť, zvoliť správny analytický postup a na základe experimentálnych údajov určiť zastúpenie jednotlivých zložiek v analyzovanej vzorke. Úloha preveruje schopnosť vykonávať neutralizačné a spätné titrácie, porozumenie zrážacím reakciám a úlohe komplexotvorných látok v analytickej chémii.

Úloha: *Vzorka je koncentrovaný vodný roztok, obsahujúci zmes uhličitanu sodného (Na_2CO_3) a kyseliny boritej (H_3BO_3), ktorá sa po kvantitatívnom prenesení do odmernej banky doplní destilovanou vodou na objem $100,00\text{ cm}^3$. Vašou úlohou je stanoviť jej zloženie pomocou neutralizačných titrácií.*

Pomôcky:

odmerné banky 100 cm^3 so zátkami (3 ks) a 250 cm^3 (1 ks), titračná banka 250 cm^3 (2-3 ks), byreta 25 cm^3 (1 ks), nedielikovaná pipeta 25 cm^3 (1 ks), kadičky $150 - 250\text{ cm}^3$ (spolu 3 ks), filtračný lievik, filtračný kruh, filtračný papier, laboratórny stojan (1-2 ks), krížová svorka (1-2 ks), držiak na byretu (1 ks), sklenená tyčinka, balónik, rýchlováhy, lodička alebo hodinové sklíčko

Chemikálie a roztoky:

Každý súťažiaci

- vzorka v odmernej banke (koncentrát na doplnenie do 100 cm^3),
- 250 cm^3 roztoku NaOH v odmernej banke ($c = 0,10\text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$)

Spoločné pre všetkých súťažiacich s potrebou na jedného žiaka

- roztok HCl, $c = 0,20 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ (cca 50 cm^3)
- roztok CaCl_2 , cca $1,0 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ (cca 25 cm^3)
- manitol (cca 6 g)
- destilovaná voda
- roztoky indikátorov: fenolftaleín, brómtymolová modrá (pár kvapiek)

GHS údaje

Chemikália	H-vety	P-vety
HCl	H314, H290	P280, P301+P330+P331, P305+P351+P338
Na_2CO_3	H319	P280, P305+P351+P338
H_3BO_3	H360FD	P280, P308+P313
NaOH	H314	P280, P301+P330+P331, P305+P351+P338
CaCl_2	—	—
Manitol	—	—
Fenolftaleín	H351	P280, P308+P313
Brómtymolová modrá	—	—

1. Postup práce

1.1 Spracovanie vzorky

Dodaný koncentrovaný roztok vzorky v odmernej banke s objemom 100 cm^3 (**V1**), doplňte destilovanou vodou po značku a dôkladne premiešajte. Z pripraveného roztoku odpipetujte $25,00 \text{ cm}^3$ (**V2**) do kadičky. Pridajte približne 10 cm^3 roztoku CaCl_2 , premiešajte a nechajte krátko stáť. Vzniknutú zrazeninu odfiltrujte a dôkladne premyte destilovanou vodou (nepresiahnite objem 100 cm^3). Filtrát si odložte pre ďalšie spracovanie.

1.2 Stanovenie prvej zložky vzorky

Zrazeninu na filtri rozpustíte v $25,00 \text{ cm}^3$ (**V3**) roztoku HCl ($c = 0,20 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$) (**c1**). Získaný roztok kvantitatívne prenesť do odmernej banky s objemom 100 cm^3 (**V4**) a doplňte destilovanou vodou po značku. Z tohto roztoku odpipetujte $25,00 \text{ cm}^3$ (**V5**) do titračnej banky, pridajte cca 50 cm^3 destilovanej vody, pár kvapiek brómtymolovej modrej a titrujte roztokom NaOH $c = 0,10 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ (**c2**) do stabilnej zelenej farby

roztoku. Postup podľa potreby opakujte. Spotreby (**V6₁**; **V6₂**; **V6₃ ..V6_n**) zaznamenajte do odpoved'ového hárku a určte akceptovanú hodnotu spotreby (**V6_{akc.}**).

1.3 Stanovenie druhej zložky vzorky

Odložený filtrát kvantitatívne preneste do odmernej banky s objemom 100 cm³ (**V7**), doplňte destilovanou vodou po značku a premiešajte. Z pripraveného roztoku odpipetujte 25,00 cm³ (**V8**), pridajte približne 2 g manitolu, ktorý si odvážite na rýchlováhach, pár kvapiek fenolftaleínu a titrujte roztokom NaOH do prvej stabilnej svetloružovej farby. Postup podľa potreby opakujte. Spotreby (**V9₁**; **V9₂**; **V9₃ ..V9_n**) zaznamenajte do odpoved'ového hárku a určte akceptovanú hodnotu spotreby (**V9_{akc.}**).

2. Výpočty a vyhodnotenie

2.1 Vypočítajte látkové množstvo (**n1**) a hmotnosť Na₂ CO₃ (**m1**) v pôvodnej vzorke.

$$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 106 \text{ g mol}^{-1}.$$

2.2 Vypočítajte látkové množstvo (**n2**) a hmotnosť H₃ BO₃ (**m2**) v pôvodnej vzorke.

$$M(\text{H}_3\text{BO}_3) = 61,832 \text{ g mol}^{-1}$$

2.3 Určte hmotnostné zlomky oboch zložiek Na₂ CO₃ (**w1**) a H₃ BO₃ (**w2**) vo vzorke pred jej rozpustením vo vode.

Upozornenie: Poradie otázok a úloh pre výpočty nemusí korešpondovať s poradím úloh v postupe.

3. Otázky (vyplňte v odpoved'ovom hárku)

3.1 Napíšte rovnicu zrážania po pridaní CaCl₂.

3.2 Zdôvodnite použitie spätnej titrácie pri stanovení Na₂ CO₃ .

3.3 Vysvetlite úlohu manitolu pri titracii.

3.4 Prečo nie je možné kyselinu boritú titrovať priamo hydroxidom sodným?

3.5 Uvedte dva možné zdroje systematickej chyby pri analýze tejto vzorky.

3.6 Prečo kyselina boritá a uhličitan sodný v roztoku prakticky vôbec nereagujú?

PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ORGANICKEJ CHÉMIE

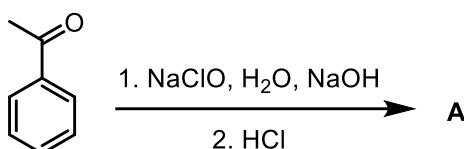
Chemická olympiáda – kategória A – 62. ročník – školský rok 2025/26
Krajské kolo

Samuel Andrejčák, Peter Dudáš, Martin Putala

Maximálne 15 bodov
Doba riešenia: 130 minút + 45 minút zahrievanie

Haloformová reakcia acetofenónu s bielidlom

V tomto kole chemickej olympiády bude Vašou úlohou uskutočniť haloformovú reakciu acetofenónu (1-fenyletanónu) s chlórnanom sodným prítomným v bielidle za bázických podmienok. Chlórnan sodný slúži ako zdroj chlórových katiónov, ktoré postupne substituujú kyslé vodíky v acetofenóne.



Materiál a pomôcky:

kategória	pomôcka	počet	kategória	pomôcka	počet
sklo	banka s okrúhlym dnom 50 ml	1	prístroje	miešadlo s ohrevom	1
	odmerný valec 25 ml	1		váhy	1
	odmerný valec 5 ml	1		zdroj vákua (membránová/vodná výveva)	1
	Erlenmeyerova banka 100 ml	1		UV lampa	1
	oddeľovací lievik so zátkou 100 ml	1	kancelárske pomôcky	kancelárska spinka	1
	spätný chladič	1		nožnice	1
				ceruzka	1
				pravítko	1
	nádoba na vodný kúpeľ	1	ochranné pomôcky	ochranné okuliare	1
	Pasteurova pipeta	3		ochranné rukavice	1
	kadička 400 ml	1		laboratórny plášť	1
	kadička 100 ml	1	iné	kapiláry na TLC	1
	kadička 50 ml	1		savička k Past. pipete	1
	odsávací banka	1		lyžička	1
	Petriho miska	1		manžeta na odsávaciu banku	1
	frita S2	1		filtračný papier	1
liekovka	3				

kov	stojan	1	magnetické miešadielko	1
	lapák väčší a menší	1+1		
	svorka	2		
	špachtľa	1		
	pinzeta	1		
	kovový kruh	1		

Chemikálie:

chemikália, obal	H-veta*	P-veta*
Acetofenón , 0,5 ml v označenej liekovke (do reakcie) a kvapka v označenej liekovke (pre TLC)	302, 319	264, 270, 280, 301/312/330, 337/313, 501
Savo , bielidlo obsahujúce 4,7 % NaClO , v spoločnej fľaši	290, 314, 400	273, 280, 303/361/353 312, 391
Destilovaná voda , v označenej stričke alebo fľaši	-	-
Hydroxid sodný , 5 % vodný roztok, v spoločnej fľaši	315, 319	302/352, 305/351/338
Siričitan sodný , 10 % vodný roztok, v spoločnej fľaši	-	-
Kyselina chlorovodíková , 20 % vodný roztok, v spoločnej fľaši	290, 315, 319, 335	260, 280, 305/351/338
Benzín lekárenský ďalej uvádzaný ako hexán (zložka eluentu na TLC hexán:etyl-acetát 3:1), v spoločnej fľaši	225, 304, 315, 336, 373, 411	210, 261, 273, 301/310, 305/351/338
Etyl-acetát , samotný a ako zložka eluentu na TLC, v spoločnej fľaši	225, 319, 336	210,305/351/338, 370/378, 403/235

* - zdroj: karty bezpečnostných údajov na <http://www.sigmaaldrich.com> pre koncentrované látky

Výstražné upozornenia (H-vety)

H 225	Veľmi horľavá kvapalina a pary.
H 290	Môže byť korozívny pre kovy.
H 302	Škodlivý po požití.
H 304	Môže byť smrteľný po požití a vniknutí do dýchacích ciest.
H 314	Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.
H 315	Dráždi kožu.
H 319	Spôsobuje vážne podráždenie očí.
H 335	Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.
H 336	Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty.

- H 373** Môže spôsobiť poškodenie orgánov pri dlhšej alebo opakovanej expozícii.
- H 400** Veľmi toxický pre vodné organizmy.
- H 411** Toxický pre vodné organizmy, s dlhodobými účinkami.

Bezpečnostné upozornenia (P-vety a ich kombinácie)

- P 210** Uchovávať mimo dosahu tepla, horúcich povrchov, iskier, otvoreného ohňa a iných zdrojov zapálenia. Nefajčiť.
- P 260** Nevdychujte prach/ dym/ plyn/ hmlu/ výpary/ rozprášenú tekutinu.
- P 261** Zabráňte vdychovaniu prachu/dymu/plynu/hmly/pár/aerosólov.
- P 264** Po manipulácii starostlivo umyte pokožku.
- P 270** Pri používaní výrobku nejedzte, nepite ani nefajčíte.
- P 273** Zabráňte uvoľneniu do životného prostredia
- P 280** Noste ochranné okuliare/ ochranu tváre.
- P 337/313** Ak podráždenie očí pretrváva: vyhľadajte lekársku pomoc/ starostlivosť.
- P 301/310** PO POŽITÍ: Okamžite volajte TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/lekára.
- P 301/312/330** PO POŽITÍ: Pri zdravotných problémoch volajte TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/ lekára. Vypláchnite ústa.
- P 302/352** PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Umyte veľkým množstvom vody a mydla.
- P 303/361/353** PRI KONTAKTE S POKOŽKOU (alebo vlasmi): Všetky kontaminované časti odevu okamžite vyzlečte. Pokožku opláchnite vodou/sprchou.
- P 305/351/338** PO ZASIAHNUTÍ OČÍ: Niekoľko minút ich opatrne vyplachujte vodou. Ak používate kontaktné šošovky a ak je to možné, odstráňte ich. Pokračujte vo vyplachovaní.
- P 312** Pri zdravotných problémoch volajte TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/lekára.
- P 370/378** V prípade požiaru: Na hasenie použite suchú chemikáliu alebo piesok.
- P 391** Zozbierajte uniknutý produkt.
- P 403/235** Uchovávať na dobre vetranom mieste. Uchovávať v chlade.
- P 501** Zneškodnite obsah/ nádobu v zariadení schválenom pre likvidáciu odpadov.

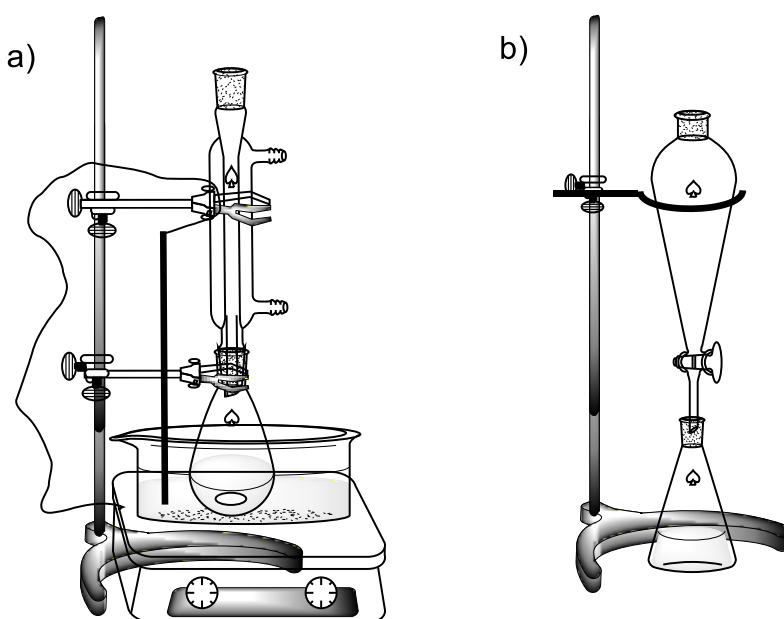
Poznámka k bezpečnosti práce:

Mladiství žiaci môžu manipulovať s dráždivými látkami (roztok hydroxidu sodného a roztok kyseliny chlorovodíkovej) len pod priamym dozorom učiteľa. Po pridaní do reakčnej zmesi ich koncentrácia klesne pod limit dráždivosti. Počas celej práce používajte ochranné okuliare! Ak nosíte vlastné okuliare, tie na ochranu Vašich očí postačia. Pri práci používajte tiež ochranné rukavice.

Postup

1. Haloformová reakcia

Do 50 ml banky s okrúhlym dnom nalejte 20 ml bielidla Savo, t. j. 4,7 % roztok chlórnanu sodného. Následne odmerným valcom pridajte 4 ml 5 % roztoku hydroxidu sodného, 0,5 ml acetofenónu a nakoniec vložte do banky magnetické miešadielko. Banku uchyťte menším lapákom na stojan, umiestnite na ňu vzdušný chladič (spätný chladič bez zapojenia vody) a jemne ho prichyťte väčším lapákom (obr. 1a). Pod banku umiestnite miešadlo s ohrevom spolu s vodným kúpeľom (na kúpeľ použite destilovanú vodu a vložte do neho kancelársku spinku). Banku ponorte do kúpeľa, zapnite ohrev a zahrievajte na mierny var kúpeľa po dobu 45 minút. Po tomto čase vypnite ohrev, banku vyberte z kúpeľa, odpojte chladič a ešte do horúcej zmesi Pasteurovou pipetou pomaly pridajte 5 ml 10 % roztoku siričitanu sodného.



Obrázok 1: Aparatúra a) pre reakciu a pre rekryštalizáciu, b) pre extrakciu.

2. Izolácia produktu

Reakčnú zmes nechajte vychladnúť na laboratórnu teplotu ponorením banky do 400 ml kadičky so studenou vodou. Pridajte 25 ml 4 % hydroxidu sodného a zmes preneste do oddeľovacieho lievika, ktorý umiestnite do kruhu na stojan (obr. 1b). Pridajte 10 ml etyl-acetátu, lievik uzavrite, pretrepte a následne otvorte kohút na uvoľnenie tlaku (počas pretrepávania lievikom na nikoho nemierte!). Pretrepávanie opakujte trikrát. Lievik dajte späť do kruhu, odzátokujte a počkajte pokiaľ sa nevytvorí jasné rozhranie

medzi vodnou (spodná vrstva) a organickou fázou (horná vrstva). Následne vodnú vrstvu vypustíte do 100 ml Erlenmayerovej banky a organickú vrstvu vylejte cez vrchný otvor lievika do 100 ml kadičky. Vodnú vrstvu nalejte naspäť do oddeľovacieho lievika a extrahujte ju ďalšími 10 ml etyl-acetátu. Etyl-acetátové vrstvy z extrakcie vylejte do nádoby na organický odpad. Erlenmeyerovu banku s vodnou fázou ponorte do ľadového kúpeľa v 400 ml kadičke a pridávajte Pasteurovou pipetou 20 % roztok kyseliny chlorovodíkovej až pokým sledujete tvorbu bielych kryštálov. Produkt odsajte cez fritu na odsávacej banke s manžetou za zníženého tlaku a nechajte ho sušiť na fritu 5 minúty presávaním vzduchu.

3. Rekryštalizácia produktu

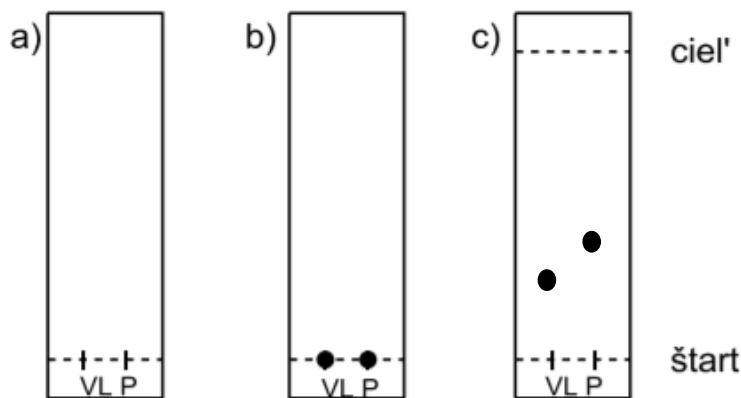
Izolovaný produkt preneste do 50 ml banky s okrúhlym dnom s magnetickým miešadielkom a pridajte 4 ml vody. Banku upevnite lapákom do vodného kúpeľa na miešadle s ohrevom a nasadte na ňu vzdušný chladič (spätný chladič bez zapojenia vody) (obr. 1a). Zmes v banke zahrievajte za mierneho varu vodného kúpeľa. V prípade, že sa produkt celý nerozpustil, opatrne pridajte cez chladič Pasteurovou pipetou ďalšiu vodu (2 ml) a vodný kúpeľ nechajte opäť zovrieť. Proces opakujte až pokým sa všetok produkt nerozpustí. Následne vypnite ohrev a banku nechajte voľne vychladnúť na laboratórnu teplotu a potom ju vložte do ľadového kúpeľa. Keď už nebudete pozorovať vypadávanie bielych kryštálov, odsajte ich cez fritu s odsávacou bankou a manžetou. Po odsatí roztoku nechajte produkt 5 minút sušiť presávaním vzduchu, potom ho preneste na vopred odvážený a označený filtračný papier a odvážte spolu s papierom.

4. Tenkovrstvová chromatografia (TLC)

Vzorky východiskovej látky a produktu rozpustíte v malom množstve etyl-acetátu (približne 0,5 ml, čo zodpovedá polovičnému objemu Pasteurovej pipety). Na TLC platničku narysujte ceruzkou opatrne čiaru (aby sa nepoškodil jej povrch) 1 cm od spodného okraja (obr. 2a). Kapilármi naneste vzorku roztoku východiskovej látky (označený VL) a Vášho produktu (označený P). Nanášanie zrealizujte nasledovne: naneste látku na platničku raz a nechajte ju adsorbovať na povrch platničky (nastáva keď už nevidíte škvrnu po roztoku) a tento postup zopakujte ešte 2-krát na to isté miesto pre jednu látku (obr. 2b). Ako vyvíjaciú nádobu použite 50 ml kadičku, nalejte do nej zmes hexán:etyl-acetát (3:1) do výšky 0,5 cm, platničku opatrne vložte pinzetou

do kadičky a zakryte Petriho miskou. Keď rozpúšťadlo vystúpi na vzdialenosť asi 1 cm pod horný okraj, platničku vyberte z kadičky a čiarou označte cieľ, t. j. pokiaľ vystúpilo rozpúšťadlo (obr. 2c). Platničku nechajte samovoľne usušiť. Zaznačte škvrny viditeľné pod UV lampou a vypočítajte hodnoty R_F pre jednotlivé škvrny.

$$R_F = \frac{\text{vzdialenosť (štart-stred škvrny) v cm}}{\text{vzdialenosť (štart-cieľ) v cm}}$$



Obrázok 2: Tenkovrstvová chromatografia (TLC).

Produkt na označenom filtračnom papieri a označenú TLC platničku odovzdajte doзору!

Poznámky

Pri výpočtoch používajte nasledovné relatívne atómové hmotnosti: $A_r(\text{C}) = 12$, $A_r(\text{H}) = 1$, $A_r(\text{O}) = 16$, $A_r(\text{Na}) = 23$, $A_r(\text{Cl}) = 35$.

Výsledky uvádzajte na primeraný počet platných číslíc.

Úloha 1 (9 b)

Produkt na odváženom filtračnom papieri a TLC platničku, označenom Vaším štartovým číslom, odovzdajte doзору! Body Vám budú pridelené podľa hmotnosti vysušeného produktu a na základe vyhodnotenia platničky TLC.

Úloha 2 (0,6 b)

Pomocou údajov z elementárnej analýzy vypočítajte sumárny vzorec ($\text{C}_x\text{H}_y\text{O}_z$) produktu A.

Elementárna analýza produktu A: 68,85% uhlík, 4,95% vodík, 26,20% kyslík

Úloha 3 (2,9 b)

Do tabuľky zapíšte údaje, ktoré sú známe z textu pracovného postupu. Nasledovne vypočítajte všetky chýbajúce údaje. Potrebné hustoty sú vopred uvedené. Dodržujte jednotky uvedené v hlavičke tabuľky. Pri výpočte ekvivalentov priradte hodnotu 1,0 pre reaktant s najnižším látkovým množstvom (katalyzátor má spravidla ekvivalent nižší ako 1). Taktiež zapíšte hmotnosť Vami izolovaného produktu a vypočítajte percentuálny výťažok.

	ekvivalent	n (mmol)	M (g/mol)	m (g)	V (ml)	ρ (g/ml)
Acetofenón						1,03
Savo (4,7% roztok NaClO)					-	1,11
NaOH (5 % vodný roztok)						1,055
produkt A (teor. výťažok)					-	-
izolované množstvo produktu (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu:						

Úloha 4 (0,4 b)

Vypočítajte R_F hodnotu východiskovej látky (VL) a produktu (P).

Úloha 5 (1,1 b)

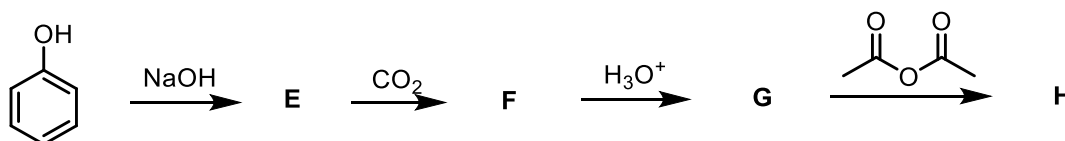
Ak by ste pripravený produkt podrobili ^1H NMR analýze, získali by ste spektrum s nasledovným zápisom pre jednotlivé signály:

δ_{H} : 12,08 (br. s, 1H), 8,16-8,13 (m, 2H), 7,65-7,61 (m, 1H), 7,52-7,35 (m, 2H) ppm.

Na základe týchto hodnôt navrhnete štruktúru produktu a priradíte jednotlivé signály.

Úloha 6 (1,0 b)

Napište produkty jednotlivých reakcií **E-H**, ktoré vedú k výrobe kyseliny acetylsalicylovej (účinnnej zložky acylpyrínu). Premena východiskového fenolu na medziprodukt **F** sa nazýva Kolbeho-Schmittov proces. Vysvetlite, čo podmieňuje orientáciu nového substituenta pri elektrofilnej aromatickej substitúcii v tomto procese.



Autori: Mgr. Samuel Andrejčák, Peter Dudáš, doc. RNDr. Martin Putala, CSc.,
RNDr. Rastislav Serbin, PhD.

Recenzenti: doc. RNDr. Peter Magdolen, PhD., doc. Ing. Ján Reguli, CSc. (vedúci
autorského kolektívu) , RNDr. Peter Troška, PhD.

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: NIVAM – Národný inštitút vzdelávania a mládeže, Bratislava 2026