

# PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 61. ročník – školský rok 2024/25  
Domáce a školské kolo

**Peter Troška**

---

Maximálne 25 bodov Doba riešenia: bez časového obmedzenia
--

Domáca príprava na praktické úlohy z analytickej chémie v kategórii A je zameraná na preštudovanie si všeobecných základov odmernej analýzy. Patria sem napríklad postupy merania hmotnosti a objemu, práca s odmerným sklom, vlastnosti chemických reakcií využiteľných v tejto oblasti, spôsoby určovania bodu ekvivalencie a podobne. Praktická činnosť domáceho a školského kola CHO má za cieľ nacvičenie si laboratórnych operácií typických pre odmernú analýzu s dôrazom na dosiahnutie presných a správnych výsledkov. Súťažiaci by mali nadobudnúť praktické zručnosti a potrebné vedomosti nielen pri meraní hmotností a objemov, ale aj pri príprave roztokov z tuhých látok a rozpúšťadiel, pri úprave tuhej vzorky, pri komplexometrických titráciách, pri výbere metalochrômných indikátorov a pri chemických výpočtoch (riedenie roztokov, štandardizácia odmerného roztoku, výpočet hmotnosti stanovovanej látky).

## Odporúčaná literatúra:

- M. Čakrt a spol.: *Praktikum z analytickej chémie*, Bratislava, Alfa, 1989.  
A. Purdešová a kol.: *Praktikum z analytickej chémie*, Bratislava, STU, 2016.  
P. Tarapčík a kol.: *Zbierka príkladov z analytickej chémie*, Bratislava, STU, 1995.  
J. Labuda a kol.: *Analytická chémia*, Bratislava, STU, 2014.  
S. Kotrlý, L. Šůcha: *Chemické rovnováhy v analytické chemii*, SNTL, 1986.  
D. A. Skoog a kol.: *Analytická chemie*, Praha, VŠCHT, 2019.  
Projekt VIZLAB <https://analytika.sk/VIZLAB/> (obsahuje mnoho užitočných informácií o práci v analytickom laboratóriu)

## GSH údaje:

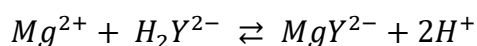
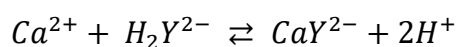
Chemikália	H-vety	P-vety
tuhý chelatón 3	H332, H373, H412	P260, P271, P273, P304+P340+P312, P314, P501
tuhý CaCO <sub>3</sub>	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
roztok HCl (4 mol dm <sup>-3</sup> )	H315, H335	P260, P280, P305+P351+PP338, P310
roztok NaOH (1 mol dm <sup>-3</sup> )	H290, H314	P303+P361+P353 P305+P351+P338 P310, P 390
tuhý NH <sub>4</sub> Cl	H302, H319	P264, P280, P301+P351+P338, P337+P313, P501
konc. NH <sub>3</sub>	H314, H318, H335, H400	P273, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
tuhý indikátor murexid	táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
tuhý indikátor eriochromová čerň T	táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	
tuhý chlorid sodný	táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	

Schwarzenbachov tlmivý roztok pripravíte rozpustením 5,4 g NH<sub>4</sub>Cl v 35 cm<sup>3</sup> koncentrovaného NH<sub>3</sub> a doplnením destilovanou vodou na objem 100 cm<sup>3</sup>.

Murexid (1:100) a Eriochromová čerň T (1:100) pripravíte rozotretím 100 mg príslušného indikátora a 10 g NaCl v trecej miske.

## Chelatometrické stanovenie vápnika a horčíka

**Úvod:** Na stanovenie obsahu vápnika a horčíka sa používa odmerná metóda odmernej analýzy známa ako chelatometria. Svoje uplatnenie našla najmä pri rýchlom a jednoduchom stanovení tvrdosti vody, kedy sa ióny Ca<sup>2+</sup> a Mg<sup>2+</sup> titrujú odmerným roztokom chelatónu 3 (EDTA). Celkový obsah vápnika a horčíka sa určuje v Schwarzenbachovom tlmivom roztoku na indikátor eriochromová čierň T. Samotný vápnik sa stanovuje v silne alkalickom prostredí NaOH na indikátor murexid. Horčík sa v tomto prostredí vyzráža ako Mg(OH)<sub>2</sub> a neruší stanovenie vápnika.



## Úloha 1: Komplexotvorné reakcie

Chelatón 3 je dihydrát disodnej soli kyseliny etyléndiamíntetraoctovej (EDTA =  $H_4Y$ ). Rozpustením vo vode bol pripravený roztok, ktorý mal po prídavku octanovej tlmivej acidobázickej zmesi  $pH = 4,5$  a celkovú koncentráciu chelatónu  $0,02 \text{ mol.dm}^{-3}$ . V tomto roztoku sa vytvoria viaceré častice, ktoré môžeme považovať za produkty reakcie iónov  $H^+$  a aniónu  $Y^{4-}$  (úplne disociovaná EDTA).

**Úloha/otázka 1a:** Napíšte reakcie postupnej disociácie EDTA.

**Úloha/otázka 1b:** Vyhľadajte v literatúre príslušné rovnovážne disociačné konštanty a napíšte matematické vzťahy vyjadrujúce tieto konštanty.

**Úloha/otázka 1c:** Vypočítajte, aké sú koncentrácie iónov každého druhu (okrem  $H_2O$  je to 9 iónov).

**Úloha/otázka 1d:** Ktorý z iónov vznikajúcich z EDTA bude prevládať pri  $pH 9,5$ ?

**Úloha/otázka 1e:** Pri akom  $pH$  bude Chelatón 3 prakticky len vo forme  $Y^{4-}$ ?

## Úloha 2: Stanovenie vápnika a horčíka v tablete

*V lekárni sú okrem liečiv dostupné aj rôzne doplnky stravy – vitamíny, minerály a podobne. K dispozícii ste dostali bielu tabletu, ktorá pochádza z krabičky s nápisom vápnik-horčík. Na krabičke ale nie je uvedený obsah týchto látok. Na stanovenie obsahu vápnika a horčíka v neznámych vzorkách je vhodná odmerná analýza pomocou chelatometrickej titrácie.*

### Pomôcky:

Byreta  $25 \text{ cm}^3$ , kadičky  $2 \times 150 \text{ cm}^3$  a  $2 \times 250 \text{ cm}^3$ , odmerný valec  $50 \text{ cm}^3$ , nedelené pipety  $10 \text{ cm}^3$ ,  $20 \text{ cm}^3$  a  $25 \text{ cm}^3$ , odmerné banky  $100 \text{ cm}^3$  a  $2 \times 250 \text{ cm}^3$  so zátkami, titračné banky  $3 \times 250 \text{ cm}^3$ , trecia miska s tĺčikom, sklenená tyčinka, striekačka na destilovanú vodu, lievik na byretu, pipetovací balónik, kvapkadlo, pinzeta, držiak pre byretu, laboratórny stojan, analytický lievik, filtračný papier, univerzálne  $pH$  papieriky varič.

Predvažovačky s presnosťou na miligramy alebo analytické váhy a pomôcky na váženie.

## **Chemikálie a roztoky:**

Vzorka tablety obsahujúca  $\text{Ca}^{2+}$  a  $\text{Mg}^{2+}$ , tuhý chelatón 3, tuhý  $\text{CaCO}_3$ , roztok  $\text{HCl}$  ( $4 \text{ mol dm}^{-3}$ ), roztok  $\text{NaOH}$  ( $1 \text{ mol dm}^{-3}$ ), Schwarzenbachov tlmivý roztok, tuhý indikátor murexid v  $\text{NaCl}$  (1:100), tuhý indikátor eriochromová čerň T v  $\text{NaCl}$  (1:100).

### **2.1. Príprava odmerného roztoku chelátónu 3**

Vypočítajte hmotnosť chelátónu 3 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) potrebného na prípravu  $250 \text{ cm}^3$  odmerného roztoku s koncentráciou blízkou  $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok pripravte.

### **2.2. Príprava roztoku uhličitanu vápenatého**

Vypočítajte hmotnosť uhličitanu vápenatého potrebného na prípravu  $100 \text{ cm}^3$  štandardného roztoku s koncentráciou blízkou  $0,02 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok pripravte podľa nasledujúceho postupu: Vypočítané množstvo  $\text{CaCO}_3$  navážte s analytickou presnosťou a preneste do vhodnej kadičky. Pridajte  $25 \text{ cm}^3$  destilovanej vody a postupne pridávajte malé množstvo roztoku  $\text{HCl}$  ( $4 \text{ mol.dm}^{-3}$ ) až do rozpustenia uhličitanu vápenatého. Oxid uhličitý, ktorý vzniká búrlivou reakciou odstráňte varom. Roztok po vychladnutí preneste do odmernej banky a doplňte po rysku. Na základe návažky vypočítajte presnú koncentráciu roztoku  $\text{Ca}^{2+}$ .

### **2.3. Príprava vzorky**

Zo vzorky tablety je potrebné pripraviť roztok o známom objeme. Pri práci je dôležité, aby ste do roztoku kvantitatívne preniesli celú tabletu. Dbajte na to, aby nedošlo ku strate vzorky kvôli rozsypaniu drobných častí tablety, nedokonalému vypláchnutiu nádob, alebo nepresnému doplneniu vody po rysku v odmernej banke.

V trecej miske opatrne rozdrvte tabletu. Pracujte opatrne, aby ste nestratili časť vzorky tablety. Tabletú nie je potrebné rozotrieť na jemný prášok, stačia menšie kúsky. Pomocou striekačky s destilovanou vodou kvantitatívne preneste obsah trecej misky do  $150 \text{ cm}^3$  kadičky. Zbytky tablety opláchnite aj z tĺčika. Po malých množstvách pridajte  $20 \text{ cm}^3$  roztoku  $\text{HCl}$  ( $4 \text{ mol.dm}^{-3}$ ) a následne miešajte sklenenou tyčinkou. Pozor, zo začiatku bude zmes silno peniť. Roztok nebude číry, pretože sú v tablete aj látky nerozpustné vo vode. Zmes po reakcii kvantitatívne preneste do  $250 \text{ cm}^3$  odmernej banky, doplňte destilovanou vodou po rysku a uzavretú banku dôkladne

premiešajte. Takto pripravený roztok vzorky prefiltrujte cez skladaný filter do kadičky, z ktorej budete pipetovať do titračných baniek.

#### **2.4. Štandardizácia odmerného roztoku chelatónu 3**

Zo štandardného roztoku vápenatej soli, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.2 odpipetujte do titračnej banky 20,0 cm<sup>3</sup>, pomocou 15 cm<sup>3</sup> roztoku NaOH (1 mol.dm<sup>-3</sup>) upravte pH na 12 (pH si skontrolujte pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora murexid (1:100) a titrujte odmerným roztokom chelatónu 3 (Na<sub>2</sub>EDTA) z ružovej do fialovej. Titráciu zopakujte 3-krát. Z akceptovanej spotreby vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku chelatónu 3.

#### **2.5. Stanovenie vápenatých a horečnatých katiónov**

**a)** Z prefiltrovaného roztoku vzorky, ktorý ste pripravili v úlohe 2.3 odpipetujte do titračnej banky 25,0 cm<sup>3</sup>, pomocou 15 cm<sup>3</sup> roztoku NaOH (1 mol.dm<sup>-3</sup>) upravte pH na 11-12 (pH si skontrolujte pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora murexid (1:100) a titrujte odmerným roztokom chelatónu 3 (Na<sub>2</sub>EDTA) z ružovej do fialovej. Titráciu zopakujte 3-krát. Z akceptovanej spotreby vypočítajte koncentráciu Ca<sup>2+</sup> v roztoku. Vypočítajte hmotnosť vápnika vo vzorke tablety.

**b)** Z prefiltrovaného roztoku vzorky, ktorý ste pripravili v úlohe 2.3 odpipetujte do titračnej banky 10,0 cm<sup>3</sup>, pridajte 30 cm<sup>3</sup> destilovanej vody, pomocou 10 cm<sup>3</sup> Schwarzenbachovho tlmivého roztoku upravte pH na 9-10 (pH si skontrolujte pomocou pH papierika), pridajte malé množstvo indikátora eriochromová čerň T (1:100) a titrujte odmerným roztokom chelatónu 3 (Na<sub>2</sub>EDTA) z vínočerveného sfarbenia na modré. Titráciu zopakujte 3-krát. Z akceptovanej spotreby vypočítajte koncentráciu Mg<sup>2+</sup> v roztoku (Touto titráciou ste stanovili súčet koncentrácií Ca<sup>2+</sup> a Mg<sup>2+</sup>). Vypočítajte hmotnosť horčíka vo vzorke tablety.

# PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ORGANICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 61. ročník – školský rok 2024/25  
Domáce kolo

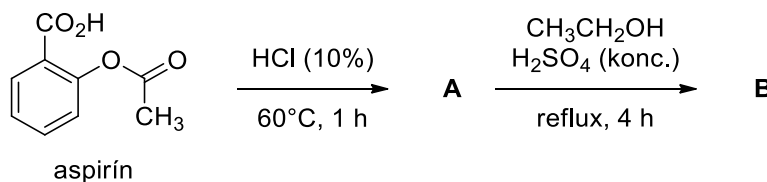
**Martin Puffler, Peter Dudáš, Samuel Andrejčák, Martin Putala**

Maximálne 15 bodov

Doba riešenia: neobmedzená (odporúčame rozdeliť na viac dní podľa možnosti)

## Príprava aromatickej zložky esenciálnych olejov

V tomto kole bude Vašou úlohou pripraviť zlúčeninu **B**, ktorá vďaka svojej výraznej vôni našla uplatnenie v parfumérii. Prírodné sa táto zlúčenina vyskytuje v rastline gaultéria. Pri syntéze zlúčeniny **B** sa vychádza z komerčne dostupnej kyseliny acetylsalicylovej (aspirín, acylpyrín), kde v prvom kroku uskutočnite kyslú hydrolyzu v prítomnosti zriedenej kyseliny chlorovodíkovej. Následne izolujete produkt **A**, ktorý reakciou s etanolom poskytne finálnu zlúčeninu **B** (schéma 1).



**Schéma 1:** Príprava zlúčeniny **B** dvojkrokovou syntézou z kyseliny acetylsalicylovej.

### Odporúčaná literatúra:

Ľubovoľná príručka praktickej organickej syntézy, napr.:

- P. Elečko, M. Mečiarová, M. Putala, M. Sališová, J. Šraga: *Laboratórne cvičenie z organickej chémie*, Univerzita Komenského, Bratislava, 1998.
- P. Magdolen, M. Mečiarová, V. Poláčková, E. Veverková: *Praktikum z organickej chémie*, Univerzita Komenského, Bratislava, 2016.

### Poznámky:

Počas celej práce používajte ochranné okuliare! Ak nosíte dioptrické okuliare, tie na ochranu Vašich očí postačia. Pri kontaktných šošovkách treba ochranné okuliare použiť!. Dlhé vlasy majte zopnuté. Pri práci používajte ochranné rukavice. Pri výpočtoch používajte nasledovné relatívne atómové hmotnosti:  $A_r(\text{C}) = 12$ ,  $A_r(\text{H}) = 1$ ,  $A_r(\text{O}) = 16$ ,  $A_r(\text{S}) = 32$ ,  $A_r(\text{Cl}) = 35$ , a výsledky uvádzajte na primeraný počet platných čísiel.

**Materiál a pomôcky:**

<b>kategória</b>	<b>pomôcka</b>	<b>počet</b>
<b>sklo</b>	guľatá banka 50 ml	2
	guľatá banka 100 ml	3
	odmerný valec 5 ml	1
	odmerný valec 10 ml	1
	odmerný valec 25 ml	3
	odmerný valec 50 ml	3
	Liebigov chladič	1
	spätný chladič	1
	kadička 100 ml	2
	nádoba na kúpeľ	1
	Pasteurova pipeta	2
	odsávacia banka	1
	teplomer so zábrusom	1
	frita	1
	oddeľovací lievnik so zátkou 250 ml	1
	Erlenmeyerova banka 250 ml	1
	filtračný lievnik	1
<b>kov</b>	stojan	2
	lapák	2
	svorka	2
	pinzeta	1
	lyžička	2
	kovový kruh	1
<b>prístroje</b>	miešadlo s ohrevom a teplomerom	1
	váhy	1
	membránová alebo vodná výveva	1
	UV lampa	1
<b>kancelárske pomôcky</b>	kancelárska spinka	1
	ceruzka	1
	pravítko	1
	nožnice	1
<b>ochranné pomôcky</b>	ochranné okuliare	1
	ochranné rukavice	1
	vlastný laboratórny plášť	1
<b>iné</b>	savička	1
	špachtľa	1
	manžeta na odsávaciu banku	1
	filtračný papier	1
	magnetické miešadielko	1
	TLC platnička	1
	hadice	1
	trečia miska s tlačikom	1
	ľadový kúpeľ	1
	olejový kúpeľ	1

**Poznámka:** laboratórne sklo je možné použiť aj v iných veľkostiach podľa dostupnosti miestneho vybavenia.

## Chemikálie:

chemikália, obal	H-veta*	P-veta*
<b>Kyselina acetylsalicylová</b> , komerčne dostupná vo forme tabliet, napr.: Aspirin® Acylpyrín®, Alginin	302, 315, 319, 335	261,305/351/338
<b>10 % vodný roztok kyseliny chlorovodíkovej v sklenenej fľaši</b>	290, 314, 335	260, 280 303/361/353 304/340/310 305/351/338
<b>Destilovaná voda</b> , v označenej stričke alebo fľaši	-	-
<b>Produkt A</b>	302,318,	280,301/312/330 305/351/338, 310
<b>Etanol 95 %</b> , v pôvodnej sklenenej fľaši	225, 319	210, 305/351/338
<b>Kyselina sírová 98 %</b> , v pôvodnej sklenenej fľaši	290, 314	280, 301/330/331, 303/361/353, 305/351/338/310
<b>Etyl-acetát</b> , v spoločnej označenej fľaši pre extrakciu	225, 319, 336	210,305/351/338, 370/378, 403/235
<b>Roztok hydrogenuhličitanu sodného</b> , $c = 1,0 \text{ mol/dm}^3$ , v pôvodnej sklenej fľaši	-	-
<b>Chlorid sodný nasýtený vodný roztok</b> , v spoločnej označenej fľaši	-	-
<b>Síran sodný bezvodý</b> , v pôvodnej zásobnej nádobe	-	-
<b>Oxid vápenatý</b> , v pôvodnej zásobnej nádobe	315, 318, 335	261, 264, 271, 280, 302/352, 305/351/338
<b>Produkt B</b>	302	264, 270, 301/312, 501

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

### Výstražné upozornenia (H-vety)

<b>H 225</b>	Veľmi horľavá kvapalina a pary.
<b>H 290</b>	Môže byť korozívny pre kovy.
<b>H 302</b>	Škodlivý po požití.
<b>H 314</b>	Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.
<b>H 315</b>	Dráždi kožu.
<b>H 318</b>	Spôsobuje vážne poškodenie očí.
<b>H 319</b>	Spôsobuje vážne podráždenie očí.
<b>H 335</b>	Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.
<b>H 336</b>	Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty.



## Bezpečnostné upozornenia (P-vety a ich kombinácie)

- P 210** Uchovávajte mimo dosahu tepla, horúcich povrchov, iskier, otvoreného ohňa a iných zdrojov zapálenia. Nefajčite.
- P 260** Nevdychujte prach/ dym/ plyn/ hmlu/ pary/ aerosóly.
- 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 nefajčite.
- P 271** Používajte iba na voľnom priestranstve alebo v dobre vetranom priestore.
- P 280** Noste ochranné rukavice/ochranný odev/ochranné okuliare/ochranu tváre. Zabráňte uvoľneniu do životného prostredia.
- P 310** Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára.
- P 301/312** PO POŽITÍ: Pri zdravotných problémoch volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM/ lekára.
- P 301/330/331** PO POŽITÍ: vypláchnite ústa. NEVYVOLÁVAJTE zvracanie.
- P 301/312/330** PO POŽITÍ: Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára. Vypláchnite ústa.
- P 302/P352** PRI KONTAKTE S POKOŽKOU: Umyte veľkým množstvom vody
- P 303/361/353** PRI KONTAKTE S POKOŽKOU (alebo vlasmi): Všetko kontaminované časti odevu okamžite vyzlečte. Pokožku opláchnite vodou/sprchou.
- P 304/340/310** PO VDÝCHNUTÍ: Presuňte osobu na čerstvý vzduch a umožnite jej pohodlne dýchať. Okamžite volajte NÁRODNÉ TOXIKOLOGICKÉ INFORMAČNÉ CENTRUM alebo lekára.
- 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 370/378** V prípade požiaru: Na hasenie použite suchú chemikáliu alebo piesok.
- P 403/235** Uchovávajte na dobre vetranom mieste. Uchovávajte v chlade.
- P 501** Zneškodnite obsah/ nádobu v zariadení schválenom pre likvidáciu odpadov.

### Poznámka k bezpečnosti práce:

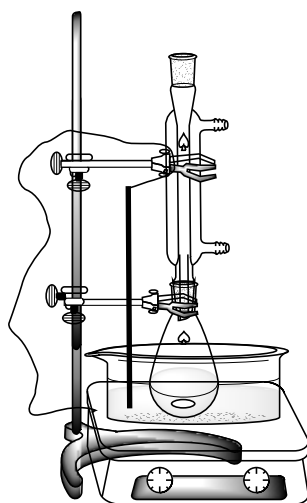
Mladiství žiaci môžu manipulovať s dráždivými látkami len pod priamym dozorom učiteľa. Po pridaní do reakčnej zmesi ich koncentrácia klesne pod limit dráždivosti.

## Pracovný postup

### 1. Krok

#### **Príprava produktu A:**

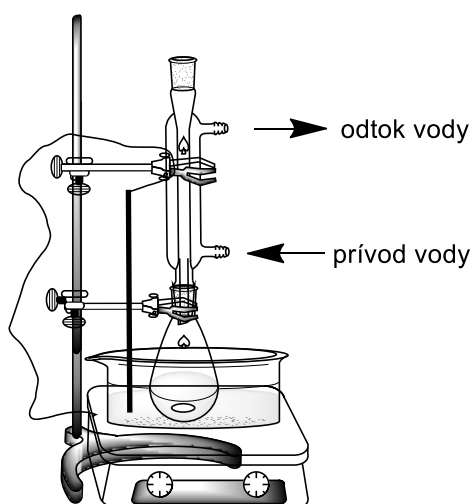
Do tretej misky vložte 1,5 g kyseliny acetylsalicylovej (tri 500 mg tablety Aspirín®) a rozdrvte ich na jemný prášok. Tento prášok preneste do 100 ml banky s okrúhlym dnom a pridajte magnetické miešadličko. Banku upevnite na stojan, podložte miešadlo s ohrevom a vodným kúpeľom, do ktorého banku ponoríte tak, aby sa dnom nedotýkala dna nádoby s kúpeľom. Do banky pridajte 25 ml 10 % roztoku HCl. Na banku nasadte vzdušný chladič, zapnite ohrev a reakčnú zmes zahrievajte na 60 °C (teplota kúpeľa). V tomto kroku nie je potrebné zapájať vodu do chladiča (**Obrázok 1**). Reakčnú zmes udržiavajte pri tejto teplote po dobu 60 minút; ak je miešadlo bez teplomeru, teplotu pravidelne kontrolujte samostatným teplomerom. Pozorujte postupné hustnutie reakčnej zmesi. Potom vypnite ohrev, zdvihnite aparáturu nad kúpeľ a nechajte voľne vychladnúť na laboratórnu teplotu. Potom pridajte 10 ml vychladenej vody, banku preneste do ľadového kúpeľa a nechajte kryštalizovať 10 minút. Na odsávaciu banku nasadte fritu s manžetou, pripojte vodnú vývevu a za zníženého tlaku odfiltrujte vzniknutú kryštalickú látku. Z filtračného koláča vyberte miešadličko pomocou pinzety. Kryštalickú látku potom premyte trikrát 10 ml vychladenej vody. Premývanie vykonajte tak, že najprv odpojíte zdroj podtlaku (vodná výveva), nalejete vodu do frity, premiešate špachtľou, odsajete a postup zopakujete dvakrát. Produkt nechajte sušiť na fritě presávaním vzduchu po dobu 10 minút.



**Obrázok 1:** Aparatúra pre reakciu bez zapojenia vody.

### Rekryštalizácia produktu A:

Produkt spolu s miešadielkom preneste do čistej 100 ml banky s okrúhlym dnom, uchyťte ju do lapáka na stojan, pridajte miešadielko a umiestnite pod ňu miešadlo s olejovým kúpeľom (ak nemáte olejový kúpeľ použite vodný, pričom dbajte o bezpečnosť a priebežne dolievajte odparenú vodu). Pridajte 25 ml vody a na banku nasadte spätný chladič so zapojením vody vzostupne (**Obrázok 2**). Zapnite miešanie a ohrev nastavte na 110 °C. Keď zmes začne vriieť a produkt **A** sa úplne nerozpustil, pridajte Pasteurovou pipetou cez spätný chladič ďalšiu vodu (objem jednej Pasteurovej pipety predstavuje zhruba 2 ml) a nechajte opäť zovrieť. Tento postup opakujte, pokiaľ sa kryštály produktu nerozpustia. Následne vypnite ohrev, odpojte chladič, banku vyberte z kúpeľa a nechajte voľne vychladnúť na laboratórnu teplotu. Ďalej banku vložte na 10 minút do ľadového kúpeľa. Vzniknuté kryštály odsajte filtráciou za zníženého tlaku na odsávacej banke cez fritu. Vyberte miešadielko a získaný produkt preneste na vopred odvážený filtračný papier označený štartovným číslom.



**Obrázok 2:** Aparatúra pre reakciu so zapojením vody vzostupne.

### Príprava bezvodého etanolu:

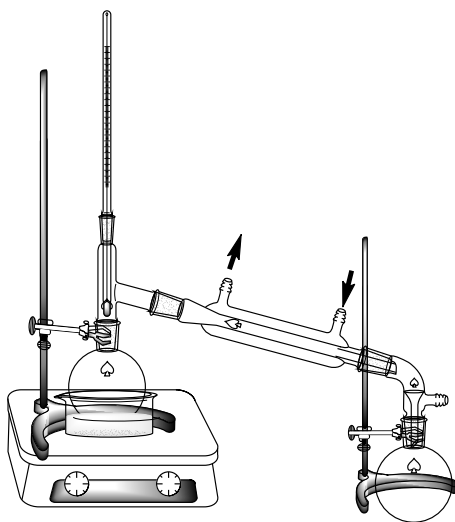
Do 100 ml banky s guľatým dnom a magnetickým miešadielkom (pri zohrievaní na magnetickom miešadle), resp. varnými kameňkami (pri zohrievaní varičom) navážte 15 g oxidu vápenatého, pridajte 60 ml 95 % etanolu a zahrievajte na olejovom kúpeľi pod spätným chladičom 6 hodín (ak máte k dispozícii chlórkalciový uzáver, môžete ho použiť), tak aby zmes mierne vrela (**Obrázok 2**). Potom suspenziu nechajte samovoľne ochladiť na laboratórnu teplotu a ak je na miešadle, miešajte ju aj cez noc.

Následne jednoduchou destiláciou oddestilujte etanol (teplota varu 78,3 °C) do suchej banky a dobre uzatvorte (bezvodý etanol je veľmi hygroskopický).

**Poznámka:** Množstvo takto vysušeného etanolu je pre jedného študenta. V prípade, že úlohu vykonáva viac študentov súčasne, odporúčame, aby sa takto pripravil etanol naraz pre všetkých vo väčšom množstve.

### **Destilácia etanolu:**

Banku s etanolom následne upevnite do lapáka na stojane nad magnetické miešadlo tak, aby bola čiastočne ponorená v olejovom kúpeli. Na druhý stojan upevnite do lapáka suchú 50 ml banku s okrúhlym dnom tak, aby bola vo výške a vzdialenosti vhodnej na zapojenie Liebigovho chladiča do oboch baniek. Zapojte chladič, nasadíte teplomer a zapojte prúd vody vzostupne (**Obrázok 3**). Zapnite miešanie a ohrev nastavte na 100 °C, pričom destilácia začína, keď teplota na teplomere v Liebigovom chladiči dosiahne teplotu 78 °C (teplota varu etanolu). Destiláciu ukončíte, keď v banke ostane približne 10 % pôvodného obsahu.



**Obrázok 3:** Aparatúra pre destiláciu so zapojením vody vzostupne.

## **2. Krok**

### **Príprava produktu B:**

Produkt **A** z prvého kroku preneste do 50 ml banky s okrúhlym dnom spolu s magnetickým miešadielkom. Banku pripevnite na stojan a na varič umiestnite olejový kúpeľ, do ktorého banku ponorte tak, aby sa dnom nedotýkala. Pridajte 20 ml čerstvo nadestilovaného bezvodého etanolu. Pridajte opatrne po častiach, pomocou Pasteurovej pipety, celkovo 3 ml koncentrovanej kyseliny sírovej. **POZOR!**

## **Koncentrovanú kyselinu sírovú do reakčnej zmesi pridá učiteľ! Po každom pridaní kyseliny reakčnú zmes dôkladne zamiešajte!**

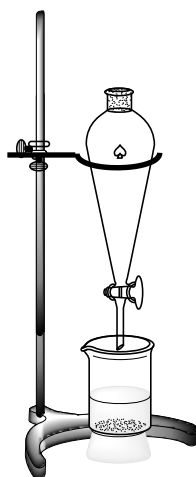
Na banku nasadte spätný chladič, ktorý upevníte druhým lapákom a zapojte chladienie (s prúdením vody vzostupne) (**Obrázok 2**). Zmes miešajte a zahrievajte tak, aby reakčná zmes vrela 4 hodiny.

### **Extrakcia produktu B**

Po tejto dobe vypnite zahrievanie, zdvihnite aparatúru z kúpeľa a nechajte zmes samovoľne ochladiť na laboratórnu teplotu. Po ochladení zmes prelejte do 150 ml kadičky, ktorá je naplnená približne do polovice ľadom. Zmes potom občas premiešajte do rozpustenia ľadu, pričom na dne kadičky pozorujete olejovú vrstvu obsahujúcu produkt **B**.

Zmes bez miešadla preneste do oddeľovacieho lievika, ktorý umiestnite do kruhu na stojane a podložte ho kadičkou (**Obrázok 4**). Do lievika pridajte 50 ml destilovanej vody, 30 ml etyl-acetátu, lievik uzavrite, obráťte ústím dohora, pretrepte a potom otvorte kohút na uvoľnenie tlaku (pri otváraní smeruje spodný otvor lievika nahor, počas pretrepávania lievikom na nikoho nemierte!). Lievik umiestnite späť do kruhu, odzátkujte ho a počkajte, pokiaľ sa nevytvorí jasné rozhranie medzi vodnou (spodná vrstva) a organickou fázou (horná vrstva – hustota organickej vrstvy je menšia ako hustota vodnej vrstvy). Vypustite vodnú vrstvu a svetložltú organickú fázu prelejte do suchej kadičky. Vodnú vrstvu preneste naspäť do oddeľovacieho lievika a ešte dvakrát opakujte extrakciu, zakaždým s použitím 30 ml etyl-acetátu.

Spojené organické fázy preneste do oddeľovacieho lievika a opatrne pridajte 30 ml roztoku hydrogenuhličitanu sodného ( $c = 1,0 \text{ mol/dm}^3$ ). Získanú zmes opatrne pretrepte. **POZOR! Zmes pení v dôsledku generovania CO<sub>2</sub>, lievik treba často otvárať na uvoľnenie pretlaku!** Organickú fázu oddel'te a znovu extrahujte použitím 30 ml roztoku hydrogenuhličitanu sodného. Takto premytú organickú fázu potom jedenkrát extrahujte použitím 30 ml nasýteného roztoku chloridu sodného. Organickú fázu prelejte do suchej a čistej 250 ml Erlenmeyerovej banky, pridajte bezvodý Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a nechajte stáť asi 15 minút za občasného premiešania až do vyčistenia roztoku. Následne tuhý zvyšok odfiltrujte cez skladaný filter a na filtri ho premyte čistým etyl-acetátom, pričom filtrát zachytávajte do vopred odváženej 250 ml banky s guľatým dnom.



**Obrázok 4:** Aparatúra pre extrakciu.

### **Destilácia etyl-acetátu z roztoku s produktom B**

Pripravte si aparatúru na destiláciu, banku pripevnite do lapáka na stojane, pridajte varné kamienky alebo miešadielko, nasadte Liebigov chladič a etyl-acetát oddestilujte na horúcom vodnom kúpeli (teplota varu etyl-acetátu je 77 °C) (**Obrázok 3**). Po oddestilovaní etyl-acetátu vypnite zahrievanie a destilačnú banku s produktom nechajte otvorenú stáť v digestóriu, aby sa odparil zvyškový etyl-acetát. Ako destilačný zvyšok dostávate produkt – žltkastý olej s typickou arómou. Z banky s produktom vyberte pinzetou varné kamienky, resp. miešadielko a produkt **B** odvážte.

### **Úloha 1 (9,5 b)**

Uveďte hmotnosti získaných produktov v gramoch.

### **Úloha 2 (1 b = 10 x 0,1 b)**

Pomocou údajov z elementárnej analýzy vypočítajte sumárne vzorce ( $C_xH_yO_z$ ) produktov **A** a **B**. Následne vypočítajte ich molárnu hmotnosť.

produkt **A**: 60,87% uhlík, 4,38% vodík, 34,75% kyslík

produkt **B**: 65,05% uhlík, 6,07% vodík, 28,88% kyslík

### **Úloha 3 (1,2 b = 12 x 0,1 b)**

Pomocou výpisu údajov z  $^1H$  NMR spektier určte štruktúru produktov **A** a **B**. Po určení štruktúry priradte jednotlivé signály príslušným vodíkom.

Produkt **A**:

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 10,37 (bs, 1H); 7,94 (dd,  $J = 8,0, 2,0$  Hz, 1H); 7,54 (ddd,  $J = 8,4, 7,2, 2,0$  Hz, 1H); 7,02 (dd,  $J = 8,4, 1,2$  Hz, 1H); 6,95 (ddd,  $J = 8,0, 7,2, 1,2$  Hz, 1H) ppm.

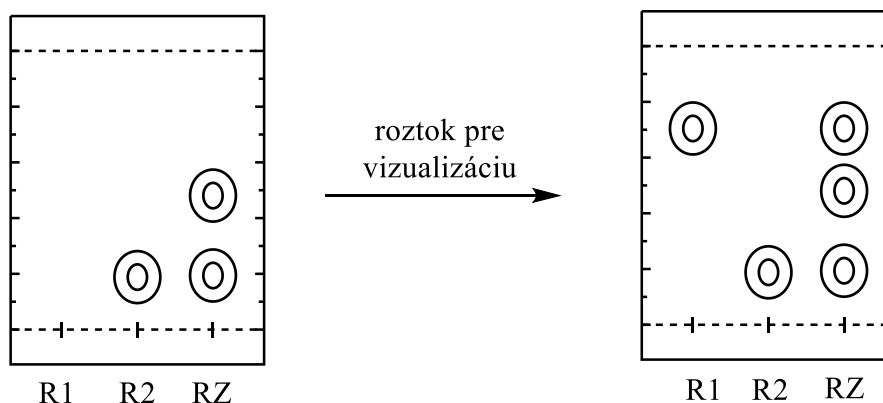
Poznámka: v spektre nie je vidieť signál vodíka COOH skupiny.

Produkt **B**:

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 10,84 (1H, s); 7,85 (dd,  $J = 8,0, 2,0$  Hz, 1H); 7,45 (ddd,  $J = 8,4, 7,2, 2,0$  Hz, 1H); 6,97 (dd,  $J = 8,4, 1,2$  Hz, 1H); 6,88 (ddd,  $J = 8,0, 7,2, 1,2$  Hz, 1H); 4,41 (q,  $J = 7,2$  Hz, 2H); 1,41 (t,  $J = 7,2$  Hz, 3H) ppm.

#### Úloha 4 (0,5 b)

- Určte, ktorá zo škvŕn na nižšie uvedenej TLC platničke zodpovedá produktu.
- Vypočítajte  $R_f$  hodnoty na nižšie uvedenej TLC platničke pre oba reaktanty **R1**, **R2** a produkt v reakčnej zmesi **RZ**.
- Uvedte aspoň jeden príklad roztoku, ktorý sa používa ako vizualizačné činidlo pre organické zlúčeniny v prípade, že ich nie je vidieť pod UV-lampou.



**Obrázok 5:** Vyvolaná platnička po tenkovrstvovej chromatografii a po následnej vizualizácii.

#### Úloha 5 (2,8 b)

V tejto úlohe si vyskúšate ako sa počas výskumu zaznamenávajú údaje do laboratórneho denníka. Do tabuliek 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. Produkt **A** sa vyskytuje

dvakrát, pretože v 1. kroku vystupuje ako produkt a v 2. kroku ako reaktant. Pri výpočte ekvivalentov priradte hodnotu 1,0 pre zlúčeninu s najnižším látkovým množstvom. Taktiež zapíšte hmotnosti vašich izolovaných produktov a vypočítajte ich percentuálny výťažok.

<b>Príprava A</b>	ekvivalent	<i>n</i> (mmol)	<i>M</i> (g/mol)	<i>m</i> (g)	<i>V</i> (ml)	$\rho$ (g/ml)
Kyselina acetylsalicylová					-	-
HCl v 10 % $\odot$						1,05
produkt <b>A</b> (teor. množstvo)					-	-
izolované množstvo produktu <b>A</b> (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu <b>A</b> :						

<b>Príprava B</b>	ekvivalent	<i>n</i> (mmol)	<i>M</i> (g/mol)	<i>m</i> (g)	<i>V</i> (ml)	$\rho$ (g/ml)
produkt <b>A</b>					-	-
etanol						0,789
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> v 98 % $\odot$						1,84
produkt <b>B</b> (teor. množstvo)					-	-
izolované množstvo produktu <b>B</b> (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu <b>B</b> vzhľadom na východiskovú kyselinu acetylsalicylovú:						

---

**Autori:** Mgr. Samuel Andrejčák, Peter Dudáš, Martin Puffler, doc. RNDr. Martin Putala, CSc., RNDr. Peter Troška, PhD., doc. Ing. Ján Reguli, CSc. (vedúci autorského kolektívu)

**Recenzenti:** doc. RNDr. Peter Magdolen, PhD., RNDr. Rastislav Serbin, PhD.

**Slovenská komisia Chemickej olympiády**

**Vydal:** NIVAM – Národný inštitút vzdelávania a mládeže, Bratislava 2024