

RIEŠENIE A HODNOTENIE PRAKTICKÝCH ÚLOH Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – šk. rok 2022/23
Celoštátne kolo

Pavol Tarapčík

Doba trvania: 3,5 hodiny

Hodnotenie: Za analýzu každého prvku 14 pb, za odpovede na otázky spolu 12 pb, teda celkovo spolu 54 pb. Prepočet 1 b = 0,463 pb.

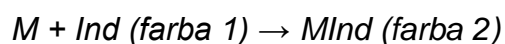
Úlohou je určiť kationové zloženie dodanej minerálky – hlavné zložky sa stanovujú titračne. Odporúčaná je minerálka Lubovnianska/Starolubovnianska – obsahuje dostatok horčíka a zároveň málo síranov – teda po odstránení hydrogénuhličitanov nehrozí vyzrážanie nerozpustných síranov. Alternatívne sa môže pripraviť syntetická vzorka z $MgCl_2$, $CaCl_2$ a $NaCl$.

Riešenie a hodnotenie

1. Prečo sa robí táto úprava zloženia vzorky? (2 pb)

odstránia sa hydrogénuhličitaný – pri reakcii kationov s ionexom by sa časť uvoľnených H^+ iónov spotrebovala na tvorbu $H_2O + CO_2$, čo ovplyvní výsledok stanovenia a navyše by uvoľnený CO_2 v kolóne postupne prerušoval stĺpec ionexu

2. Opíšte chemickými reakciami princíp funkcie farebného vizuálneho indikátora pri komplexometrickom stanovení. (2 pb)



3. Prečo je pri tejto titracii potrebné použiť prídavok tlmivého roztoku? (2 pb)

pri tvorbe chelatonátov sa uvoľňujú vodíkové ióny, netlmený roztok sa postupne okysľuje, podmienená konštanta stability tvorených komplexov sa okyslením znižuje, reakcia potom nemusí prebiehať úplne doprava

4. Prečo za podmienok titrácie nereaguje horčík s chelatónom? (2 pb)

Horčík na rozdiel od vápnika v silne alkalickom prostredí tvorí hydroxid (nerozpustný alebo ako presýtený „roztok“. Táto vedľajšia reakcia spôsobuje pokles podmienenej konštanty stability komplexného chelatonátu horečnatého a rovnováha jeho tvorby sa posúva doľava.

5. Opíšte zloženie silne kyslého vymieňača kationov. (2 pb)

Polymérny organický vo vode nerozpustný skelet s naviazanými skupinami silnej kyseliny, najčastejšie $-SO_3H$

6. Akú chybu urobíme (%), ak zanedbáme vplyv prítomnosti draslíka v experimente a do ktorej výstupnej hodnoty sa táto skutočnosť premietne (zdôvodnite svoju odpoveď)? (2 pb)

Draslík ovplyvňuje stanovenie celkového obsahu iónov kovov. Nemá vplyv na chelátometrické stanovenie kationov vápnika a horčíka – bude teda zahrnutý vo výsledku stanovenia sodíka. Reálny obsah sodíka je teda menší ako stanovený obsah.

Titracia roztoku R1 – stanovenie Mg a Ca spolu:

za úplnosť vykonania titrácií: **2 pb**

za dosiahnutú reprodukovateľnosť

– do max rozdielu 0,1 ml: **2 pb**

– do max rozdielu 0,2 ml: **1 pb**

Titracia roztoku R1 – stanovenie Ca

– Ako pre roztok R1

Titracia roztoku R2:

– Ako pre roztok R1

Výpočet obsahu jednotlivých kationov vo vzorke minerálky:

Pre každý kation zvlášť:

Správny postup výpočtu: **2 pb**

Odchýlka oproti správnej hodnote obsahu vo vzorke:

do 2 % - **8 pb**; do 4 % - **6 pb**; do 6 % - **4 pb**; do 8 % - **2 pb**

Spolu **30 pb**

RIEŠENIE A HODNOTENIE PRAKTICKÝCH ÚLOH Z ORGANICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 59. ročník – školský rok 2022/23
Celoštátne kolo

Samuel Andrejčák, Martin Puffler, Peter Dudáš, Martin Putala

Maximálne 15 bodov

Úloha 1 (11,0 b)

Hmotnosť rekryštalizovaného produktu, vysušeného státím cez noc (7,0 b)

$m \leq 0,61$ g	počet bodov = $7 \cdot m / 0,61$ b
$0,61$ g $\leq m \leq 0,80$ g	plný počet bodov (7 b)
$0,80$ g $\leq m \leq 1,06$ g	počet bodov = $7 \cdot (1,06 - m) / 0,26$ b
$m \geq 1,06$ g	0 b

Poznámka: výťažok v kontrolnom experimente bol 0,67 g (52 %).

Kontrola teploty topenia (3,0 b)

Teplota topenia produktu: 119,1 – 121,8 °C	(premerať pred súťažou, lit. 120,3 – 121,3°C)
t. t. \subset (117,2 °C, 122,4 °C)	plný počet bodov (3 b)
107,2 °C < začiatok t.t. < 117,2 °C	počet bodov = $3 \times (t.t. - 107,2) / 10$ b

Tenkovrstvová chromatografia (1,0 b)

Označenie platničky	štart, cieľ, VL, P	4 x 0,10 b = 0,4 b
Vyvolanie platničky- R_F hodnoty		
R_F (VL)	$0,37 \leq R_F \leq 0,47$	0,3 b
	$0,32 \leq R_F < 0,37$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,37 - R_F)$ b
	$0,47 \leq R_F < 0,52$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (R_F - 0,47)$ b
R_F (produkt)	$0,67 \leq R_F \leq 0,77$	0,3 b
	$0,62 \leq R_F < 0,67$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,67 - R_F)$ b
	$0,77 \leq R_F < 0,82$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (R_F - 0,77)$ b

Úloha 2 (0,6 b = 6 x 0,1 b)

$C_xH_yO_zN_n$

za každé x, y, z, n 0,1 b

celkový sumárny vzorec 0,1 b

určenie molárnej hmotnosti 0,1 b

$$\begin{aligned}x : y : z : n &= w_x / A_r C : w_y / A_r H : w_z / A_r O : w_n / A_r N = \\ &= 65,37 / 12 : 4,31 / 1 : 24,88 / 16 : 5,45 / 14 = \\ &= 5,448 : 6,31 : 1,555 : 0,389 = 14 : 11 : 4 : 1\end{aligned}$$

Produkt A má molekulový vzorec $C_{14}H_{11}O_4N$ a molárnu hmotnosť $M = 257 \text{ g/mol}$.

Úloha 3 (1,7 b = 15 x 0,1 + 4 x 0,05 b)

údaje z textu: 4 x 0,05 = 0,2 b (žlté)

údaje na výpočet: 14 x 0,1 = 1,4 b (modré)

percentuálny výťažok: 1 x 0,1 = 0,1 b

nehodnotia sa vopred zadané hodnoty (zelené)

ak je v predošlej úlohe zle vypočítaná molárna hmotnosť, tak tu bez postihnutia bodov

	ekvivalent	n (mmol)	M (g/mol)	m (g)	V (ml)	ρ (g/ml)
4-metylbenzoylchlorid	1,0	0,005	154	0,77	0,65	1,185
4-nitrofenol	1,0	0,005	139	0,7	-	-
pyridín	1,0	0,005	79	0,39	0,40	0,982
produkt A (teor. výťažok)	1,0	0,005	257	1,29	-	-
izolované množstvo produktu (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu:						

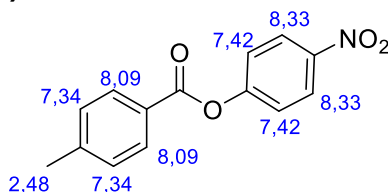
Úloha 4 (0,5 b = 1 x 0,1 + 2 x 0,2 b)

správne meranie vzdialenosti: 0,1 b

výpočet: 2 x 0,2 b

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

Úloha 5 (1,2 b = 12 x 0,1 b)



- Plný počet bodov aj za výmenu signálov 7,34 ppm s 7,42 ppm.

δ_H : 8,33 (d, 2H); 8,09 (d, 2H); 7,42 (d, 2H); 7,34 (d, 2H), 2,48 (s, 3H) ppm.

Absorpčné maximá v IČ spektre:

-N O₂: 1550-1475 a 1360-1290 cm^{-1}

-COO- : 1750-1735 a 1300-1100 cm^{-1}