

RIEŠENIE A HODNOTENIE PRAKTICKÝCH ÚLOH Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

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

Pavol Tarapčík

Maximálne 25 bodov – 55 pb t. j. 1 pb = 0,4545 b

Zistenie molárnej hmotnosti slabej organickej kyseliny

Materiálne zabezpečenie

Chemikálie:

Hydrogénftalan draselný (tuhá látka – presne odvážené množstvo v liekovke asi 2 g),
destilovaná voda

hydroxid sodný – roztok 1 mol dm^{-3} (dávkovať do 500 cm^3 odmerným valcom asi 50 cm^3)

Indikátorové roztoky – fenolftaleín (FF), bromtymolová modrá (BM), metylová oranžová (MO)

Vzorky: Dve vzorky kryštalickej povahy v liekovkách s presne známou hmotnosťou.
Odporúča sa kyselina vínna a kyselina citrónová – presne navážené asi 1 g látky

Pomôcky:

byreta – 25 cm^3

pipety nedelené – 10 cm^3 , 20 cm^3

odmerný valec 25 cm^3

odmerné banky – 500 cm^3 (1x), 100 cm^3 (3x),

tyčinka, byretový lievik, kvapkadlá (napríklad plastové Pasteurove pipety)

kadičky 50 až 100 cm^3 (4x) a 250 až 400 cm^3

titračné banky 250 cm^3

striekačka

filtračný papier (kúsky)

Odpoveďový hárok – modelové riešenie – hodnotenie

Reálne experimentálne hodnoty budú u každého súťažiaceho individuálne odlišné.

2. Výpočet koncentrácie pripraveného roztoku hydrogénftalanu draselného – KHfT

$$c(\text{KHfT}) = m(\text{KHfT})/M(\text{KHfT})/ V = 2 \text{ g} / 204,22 \text{ g.mol}^{-1} / 0,5 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{KHfT}) = 0,09793 \text{ mol dm}^{-3}$$

1 pb

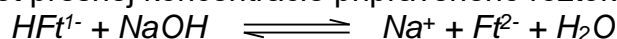
3. Určenie presnej koncentrácie odmerného roztoku NaOH

Pipetovaný objem štandardného roztoku : $V(\text{KHfT}) = 20 \text{ cm}^3$

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 20,0 \text{ cm}^3$ $V_2 = 20,0 \text{ cm}^3$ $V_3 = 20,0 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba: $V_{p0} = 20,00 \text{ cm}^3$

Výpočet presnej koncentrácie pripraveného roztoku NaOH:



$$n(\text{KHfT}) = c(\text{KHfT}) \cdot V(\text{KHfT}) = 0,09793 \text{ mol/l} \cdot 20,00 \text{ cm}^3 = 1,9586 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{KHfT}) = 9,793 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$c(\text{NaOH}) = n(\text{NaOH})/V_{p0} = 1,9586 \cdot 10^{-3} \text{ mol} / 20,00 \text{ cm}^3 = \underline{\underline{0,09793 \text{ mol dm}^{-3}}}$$

1 pb

Opakovateľnosť relevantných spotrieb

0,1 cm³

3 pb

0,2 cm³

2 pb

0,3 cm³

1 pb

4. a 5. Titrácie vzoriek

Vzorka č.1

za každú titráciu 0,5 pb – max. 3 pb

Pipetovaný objem vzorky č.1 $V_{vz1} = 10 \text{ cm}^3$

1. indikátor - MO

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 3,4 \text{ cm}^3$

$V_2 = 3,9 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba $V_{p11} = 3,65 \text{ cm}^3$

Poznámky k priebehu titrácie: *zmena prebieha pomaly od cca 3,2 cm³ do 10,2 cm³*

2. indikátor – BM

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 13,65 \text{ cm}^3$

$V_2 = 13,55 \text{ cm}^{3*}$

Priemerná spotreba $V_{p12} = 13,6 \text{ cm}^3$

Poznámky k priebehu titrácie: *ostrá zmena sfarbenia*

3. indikátor – FF

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 13,6 \text{ cm}^3$

$V_2 = 13,6 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba $V_{p13} = 13,6 \text{ cm}^3$ *

Poznámky k priebehu titrácie: *ostrá zmena sfarbenia*

Označte hviezdíčkou, ktoré priemerné spotreby ste použili pre ďalšie výpočty. Zdôvodnite svoje rozhodnutie.

Ostrá zmena hovorí o prudkom skoku na titračnej krivke – bod ekvivalencie.

Vypočítajte látkové množstvo potrebné na stitrovanie 1,000 g vzorky.

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V_{p13} = 0,09793 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 13,575 \text{ cm}^3 = 1,3294 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

na 1 g

$$= n(\text{NaOH}) \cdot 100 / 10 \cdot m_{vz} = 1,3294 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 10 / 1 \text{ g} = 1,3294 \cdot 10^{-2} \text{ mol/g}$$

Relatívna odchýlka od správnej hodnoty	do 2 %	15 pb
	do 4 %	12 pb
	do 6 %	9 pb
	do 8 %	6 pb
	do 10 %	3 pb

Vzorka č.2

za každú titráciu 0,5 pb – max. 3 pb

Pipetovaný objem vzorky č.2 $V_{vz2} = 10 \text{ cm}^3$

1. indikátor - MO

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 2,6 \text{ cm}^3$

$V_2 = 2,8 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba $V_{p21} = 2,7 \text{ cm}^3$

Poznámky k priebehu titrácie: *pri tomto objeme začala zmena sfarbenia, končila pri 7,9 cm³*

2. indikátor - BM

Spotreby pri titrácii: $V_1 = 11,0 \text{ cm}^3$

$V_2 = 11,4 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba $V_{p22} = 11,2 \text{ cm}^3$

Poznámky k priebehu titrácie: *pri tomto objeme začala zmena sfarbenia, ktorá končila pri asi 16 cm³*

3. indikátor - FF

Spotreby pri titracii: $V_1 = 15,95 \text{ cm}^3$

$V_2 = 15,95 \text{ cm}^3$

Priemerná spotreba $V_{p23} = 15,95 \text{ cm}^3$

Poznámky k priebehu titrácie: *ostrá zmena sfarbenia*

Označte hviezdičkou, ktoré priemerné spotreby ste použili pre ďalšie výpočty. Zdôvodnite svoje rozhodnutie.

Ostrá zmena hovorí o prudkom skoku na titračnej krivke – bod ekvivalencie.

Vypočítajte látkové množstvo potrebné na stitrovanie 1,000 g vzorky.

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V_{p13} = 0,09793 \text{ mol dm}^{-3} \cdot 15,94 \text{ cm}^3 = 1,561 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

na 1 g

$$= n(\text{NaOH}) \cdot 100 / 10 \cdot m_{vz} = 1,561 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 10 / 1 \text{ g} = 1,561 \cdot 10^{-2} \text{ mol/g}$$

Relatívna odchýlka od správnej hodnoty

do 2 % 15 pb

do 4 % 12 pb

do 6 % 9 pb

do 8 % 6 pb

do 10 % 3 pb

6. Odpovede na otázky:

a) Sú dodané látky jednosýtne alebo viacsýtne kyseliny? Zdôvodnite svoj uzáver.

Vzorky sú pri lab. teplote kryštalické. Pre jednosýtne kyseliny dostávame nízke molárne hmotnosti. Alifatické jednosýtne kyseliny sú tuhé až pri vyššej molárnej hmotnosti, aromatické majú vyššiu molárnu hmotnosť už pri jednom aromatickom jadre. Kyseliny sú teda viacsýtne.

2 pb

b) Určte molárne hmotnosti pre predpokladanú sýtnosť dodaných látok. Vyplňte nasledujúcu tabuľku: **4 pb**

Vzorka č.	hmotnosť	sýtnosť/r. mol.hmot.	sýtnosť/r.mol. hmot.	sýtnosť/r.mol. hmot.
1	1,000 g	2 / 150,4	3 / 225,6	4 / 300,9
2	1,000 g	2 / 128,1	3 / 192,2	4 / 256,2

Uvedte príklad výpočtu molárnej hmotnosti: *Ak je kyselina vo vzorke 1 dvojsýtna, potom jej látkové množstvo je $n_{12} = n(\text{NaOH})_{1,2} / 2 = \frac{1}{2} \cdot 1,3294 \cdot 10^{-2} \text{ mol/g}$.*

Pre molárnu hmotnosť potom $M_1 = 1 \text{ g} \cdot 2 / 1,3294 \cdot 10^{-2} \text{ mol} = 150,4 \text{ g mol}^{-1}$

c) Ktorá zo vzoriek je silnejšia kyselina? Zdôvodnite svoj záver.

Na titračnej krivke prvej vzorky je väčší skok (prudko menia sfarbenie aj BM aj FF) teda je to silnejšia kyselina

2 pb

d) Odhadnite pravdepodobnú identitu jednotlivých vzoriek

Vzorka č. 1 je pravdepodobne kyselina: *vínna (dvojsýtna)*

1 pb

Experimentálne zistená relatívna molárna hmotnosť: *150,4*

1 pb

Vzorka č. 2 je pravdepodobne kyselina: *citrónová (trojsýtna)*

1 pb

Experimentálne zistená relatívna molárna hmotnosť: *192,2*

1 pb

Zdôvodnite svoj záver: Tieto kyseliny najlepšie vyhovujú pozorovanému priebehu titračných kriviek odhadnutému zo správania sa farebných indikátorov. Získané molárne hmotnosti sú najbližšie k predpokladu pre tieto kyseliny.

2 pb

RIEŠENIE A HODNOTENIE PRAKTICKÝCH ÚLOH Z ORGANICKEJ CHÉMIE

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

Samuel Andrejčák, Martin Putala, Peter Dudáš, Martin Puffler

Maximálne 15 bodov

Úloha 1 (10,0 b)

Hmotnosť produktu, vysušeného státím cez noc (9,0 b)

$m \leq 0,65 \text{ g}$	počet bodov = $9 \cdot m / 0,65 \text{ b}$
$0,65 \text{ g} \leq m \leq 0,97 \text{ g}$	plný počet bodov (9 b)
$0,97 \text{ g} \leq m \leq 1,27 \text{ g}$	počet bodov = $[9 \cdot (1,27 - m)] / 0,3 \text{ b}$
$m \geq 1,27 \text{ g}$	0 b

Poznámka: výtazok v kontrolnom experimente bol 0,81 g (70 %).

Tenkvrstvá chromatografia (1 b)

Označenie platničky	štart, cieľ, VL, P	4 x 0,10 b = 0,4 b
Vyvolanie platničky- R_F hodnoty		
R_F (VL)	$0,08 \leq R_F \leq 0,15$	0,3 b
	$0,03 \leq R_F < 0,08$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,08 - R_F) \text{ b}$
	$0,15 \leq R_F < 0,20$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,20 - R_F) \text{ b}$
R_F (produkt)	$0,61 \leq R_F \leq 0,71$	0,3 b
	$0,56 \leq R_F < 0,61$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,61 - R_F) \text{ b}$
	$0,71 \leq R_F < 0,76$	počet bodov = $0,3 - 6 \cdot (0,76 - R_F) \text{ b}$

Počty bodov pre jednotlivé časti úlohy sa zaokrúhľujú na desatiny.

Úloha 2 (0,5 b = 5 x 0,1 b)

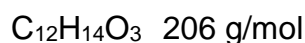
$C_xH_yO_z$

za každé x, y, z 0,1 b

celkový sumárny vzorec 0,1 b

určenie mólovej hmotnosti 0,1 b

$$x : y : z = w_x/A_rC : w_y/A_rH : w_z/A_rO = 69,89/12 : 6,84/1 : 23,27/16 = \\ 5,824 : 6,84 : 1,454 = 4,00 : 4,70 : 1 = 12 : 14 : 3$$



Úloha 3 (1,9 b = 19 x 0,1 b)

údaje z textu: 4 x 0,1 = 0,4 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)

	ekvivalent	<i>n</i> (mmol)	<i>M</i> (g/mol)	<i>m</i> (g)	<i>V</i> (ml)	ρ (g/ml)
kys. <i>p</i> -metoxyškoricová	1	5,62	178	1	-	-
98% H ₂ SO ₄	13	73,5	98	7,2	4	1,836
95% etanol	29	163	46	7,5	10	0,789
produkt A	1,0	5,62	206	1,16	-	-
izolované množstvo produktu (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu:						

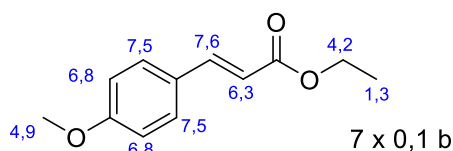
Úloha 4 (0,8 b = 4 x 0,2 b)

správne meranie vzdialenosti: 2 x 0,2 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 (1,8 b = 14 x 0,1 + 2 x 0,2 b)



δ_{H} : 7,6 (d, 1H); 7,5 (d, 2H); 6,8 (d, 2H); 6,3 (d, 1H); 4,9 (s, 3H); 4,2 (q, 2H); 1,3 (t, 3H). (7 x 0,1 b)

V ¹H NMR spektre východiskovej látky v CDCl₃ možno očakávať 6 signálov. V ¹H NMR spektre východiskovej látky v CD₃OD možno očakávať 5 signálov. V druhom prípade prideme o jeden signál v dôsledku reakcie VL s rozpúšťadlom, kedy sa vodík COOH skupiny nahrádza za deutérium z OD skupiny metanolu a jeho signál nebude vidieť. (2 x 0,2 b)

Autori: Bc. Samuel Andrejčák, Peter Dudáš, Martin Puffler, doc. RNDr. Martin Putala, PhD., RNDr. Pavol Tarapčík, PhD.

Vedúci autorského kolektívu: doc. Ing. Ján Reguli, CSc.

Recenzenti: Ing. Elena Kulichová, doc. RNDr. Peter Magdolen PhD.

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: NIVAM – Národný inštitút vzdelávania a mládeže, Bratislava 2023