

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

63. ročník, školský rok 2026/27

Kategória A

Domáca príprava a školské kolo

PRAKTICKÉ ÚLOHY



PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ANALYTICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 63. ročník – školský rok 2026/27
Domáca príprava a školské kolo

Peter Troška

Maximálne 25 bodov
Doba riešenia: bez časového obmedzenia

V príprave na praktické úlohy je dôležité ovládať základné postupy odmernej analýzy, najmä presné váženie, presné meranie objemu pomocou odmerného skla a správne určovanie bodu ekvivalencie. Nasledujúce úlohy nadväzujú na tieto základy a slúžia na precvičenie jodometrických reakcií, titračných techník a výpočtov potrebných na spoľahlivé stanovenie meďnatých iónov.

Vyžadované vedomosti a precvičované zručnosti

Presné váženie; príprava roztokov z tuhých látok; štandardizácia $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; práca s KI a škrobom; titrácia jódu; výpočet obsahu Cu^{2+} vo vzorke; redoxné rovnice a ich vyrovňovanie.

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)

GHS údaje:

Chemikália	H-vety	P-vety
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	H302, H315, H318, H410	P273, P280, P305+P351+P338
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č 1272/2008/ES.	

KIO ₃	H272, H302, H315, H319, H335	P210, P220, P261, P280, P305+P351+P338
KI	H372	P260, P264, P270, P314
H ₂ SO ₄	H290, H314	P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P310
škrob	táto látka nespĺňa kritériá pre klasifikáciu v súlade s nariadením č. 1272/2008/ES.	

Jodometrické stanovenie meďnatých iónov

Cieľom praktickej úlohy v domácej príprave/školskom kole ChO je precvičiť redoxnú odmernú analýzu založenú na jodometrii. Úloha je koncipovaná tak, aby študent získal skúsenosti s prípravou roztokov, štandardizáciou tiosíranu, prácou s KI, škrobovým indikátorom, výpočtom látkového množstva meďnatých iónov a interpretáciou redoxných rovnováh.

Metóda je založená na reakcii Cu²⁺ s I⁻, pri ktorej vzniká CuI (biela zrazenina) a I₂. Vzniknutý jód sa titruje tiosíranom.

Úloha 1: Redoxné rovnováhy Cu²⁺ – I⁻ – S₂O₃²⁻

V rámci domáceho štúdia spracujte nasledujúce úlohy, ktoré sa týkajú redoxných reakcií a princípov jodometrie. Pri riešení využite odbornú literatúru, študijné materiály a ďalšie dostupné zdroje informácií.

Úloha 1a: Napíšte rovnicu reakcie medzi Cu²⁺ a I⁻ v kyslom prostredí. Uvedte, ktorá látka sa oxiduje a ktorá redukuje.

Úloha 1b: Napíšte rovnicu reakcie pri titrácii I₂ tiosíranom.

Úloha 1c: Vysvetlite, prečo pri zmiešaní roztokov Cu²⁺ a I⁻ vzniká CuI ako biela zrazenina a za akých podmienok je reakcia kvantitatívna.

Úloha 1d: Vysvetlite úlohu nadbytku KI pri nepriamej jodometrii.

Úloha 1e: Vysvetlite úlohu škrobového indikátora a prečo sa pridáva až tesne pred dosiahnutím ekvivalentného bodu titrácie.

Úloha 1f: Uvedte, pri akých koncentráciách I₂ je škrobový komplex stabilný.

Úloha 1g: Napíšte rovnicu pre disproportionáciu I₂ v alkalickom prostredí a vysvetlite, prečo môže vysoké pH spôsobovať chyby pri jodometrických stanoveniach.

Úloha 1h: Pri štandardizácii roztoku Na₂S₂O₃ sa navážilo 0,2000 g KIO₃ (p.a.), ktoré sa rozpustilo vo vode a roztok sa doplnil v odmernej banke na 250,0 cm³.

Z pripraveného roztoku sa odpipetovalo 25,00 cm³ do Erlenmeyerovej banky. Pridalo sa približne 1 g KI a 10 cm³ H₂SO₄ (1:5). Vzniknutý jód sa titroval roztokom Na₂S₂O₃ do odfarbenia škrobového indikátora. Na titráciu sa spotrebovalo 21,88 cm³ Na₂S₂O₃. Vypočítajte presnú látkovú koncentráciu roztoku Na₂S₂O₃.

Úloha 1i: Vypočítajte predpokladanú spotrebu odmerného roztoku Na₂S₂O₃ s koncentráciou určenou v Úlohe 1h pri titracii jódu, ktorý vznikne po pridaní nadbytku KI v prostredí H₂SO₄ ku vzorke obsahujúcej 0,120 g CuSO₄·5H₂O.

Úloha 2: Stanovenie obsahu meďnatých iónov v technickom CuSO₄·5H₂O jodometriou

Technický síran meďnatý môže obsahovať nečistoty (vlhkosť, iné soli). Praktickou úlohou je stanoviť skutočný obsah Cu²⁺ vo vzorke pomocou jodometrie.

Pomôcky:

Byreta 25 cm³, kadičky 100 cm³, 2 x 150 cm³ a 250 cm³, odmerné valce 10 cm³ a 50 cm³, nedelená pipeta 25 cm³, odmerné banky 2 x 250 cm³ so zátkami, Erlenmeyerove banky so zátkou 2 x 250 cm³, sklenená tyčinka, striekačka na deionizovanú vodu, plastová Pasteurova pipeta, lievik, pipetovací balónik, držiak na byretu, laboratórny stojan.

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

Chemikálie a roztoky:

Vzorka technického CuSO₄·5H₂O, Na₂S₂O₃ (≈ 0,1 mol·dm⁻³), KIO₃ (základná látka), KI (pevný), H₂SO₄ (zriedená 1:5), škrobový indikátor (1 % roztok).

Postup

2a Príprava a štandardizácia Na₂S₂O₃

Do odmernej banky pripravte 250 cm³ roztoku tiosíranu s koncentráciou približne 0,1 mol·dm⁻³. Štandardizujte ho na KIO₃, ktorý si pripravte podľa postupu uvedeného v Úlohe 1h (približne 0,2 g KIO₃ do 250 cm³ odmernej banky). Do Erlenmeyerovej banky odpipetujte 25,00 cm³ štandardného roztoku KIO₃, lyžičkou pridajte približne 1 g KI a odmerným valcom 10 cm³ H₂SO₄ (1:5). Banku uzavrite a nechajte 5 minút stáť

na tmavom mieste. Vzniknutý I_2 titrujte roztokom $Na_2S_2O_3$ do bledožantárovej farby, pridajte približne 2 cm^3 škrobového indikátora a dotitrujte do vymiznutia modrého sfarbenia. Postup opakujte aspoň trikrát. Z presne známeho množstva KIO_3 a akceptovanej spotreby $Na_2S_2O_3$ vypočítajte presnú koncentráciu $Na_2S_2O_3$.

2b Stanovenie Cu^{2+}

Do Erlenmeyerovej banky navážte približne 0,3 g technického $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ a presnú hmotnosť si zaznamenajte. Rozpusťte v 50 cm^3 deionizovanej vody, lyžičkou pridajte približne 1 g KI a odmerným valcom 10 cm^3 H_2SO_4 (1:5). Banku uzavrite a nechajte 5 minút stáť na tmavom mieste. Vzniknutý jód titrujte tiosíranom do bledožantárovej farby, pridajte približne 2 cm^3 škrobového indikátora a dotitrujte do odfarbenia. Stanovenie uskutočnite najmenej trikrát, pričom pre každé stanovenie pripravte nový návažok $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Zo spotreby tiosíranu vypočítajte: látkové množstvo Cu^{2+} ; hmotnosť Cu^{2+} vo vzorke a hmotnostné % Cu^{2+} v technickom $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

Úloha 3: Všeobecné otázky/úlohy z jodometrie

Úloha 3a: Definujte jodometriu.

Úloha 3b: Uvedte vlastnosti, ktoré musí spĺňať oxidovadlo, aby bolo možné jeho jodometrické stanovenie.

Úloha 3c: Vysvetlite význam kyslého prostredia pri jodometrii.

Úloha 3d: Vysvetlite rozdiel medzi koncovým bodom a ekvivalentným bodom titrácie.

Úloha 3e: Diskutujte vplyv svetla na stabilitu I_2 v roztoku.

Úloha 3f: Vysvetlite princíp škrobového indikátora.

Úloha 3g: Uvedte príklady interferencií pri jodometrii (napr. oxidujúce ióny, redukujúce látky).

PRAKTICKÉ ÚLOHY Z ORGANICKEJ CHÉMIE

Chemická olympiáda – kategória A – 63. ročník – školský rok 2026/27
Domáca príprava a školské 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 jej výraznej vôni našla uplatnenie v parfumérii. Prirodzene 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).

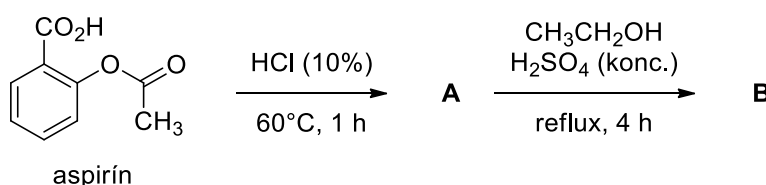


Schéma 1: Príprava zlúčeniny **B** dvojkrokovou syntézou z kyseliny acetylsalicylovej.

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. Poláčeková, 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 číslíc.

Materiál a pomôcky:

kategória	pomôcka	počet
sklo	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
	odsávací banka	1
	teplomer so zábrusom	1
	frita	1
	oddeľovací lievnik so zátkou 250 ml	1
	Erlenmeyerova banka 250 ml	1
	filtračný lievnik	1
kov	stojan	2
	lapák	2
	svorka	2
	pinzeta	1
	lyžička	2
	kovový kruh	1
prístroje	miešadlo s ohrevom a teplomerom	1
	váhy	1
	membránová alebo vodná výveva	1
	UV lampa	1
kancelárske pomôcky	kancelárska spinka	1
	ceruzka	1
	pravítko	1
	nožnice	1
ochranné pomôcky	ochranné okuliare	1
	ochranné rukavice	1
	vlastný laboratórny plášť	1
iné	savička	1
	špachtľa	1
	manžeta na odsávaciu banku	1
	filtračný papier	1
	magnetické miešadielko	1
	TLC platnička	1
	hadice	1
	tretia 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*
Kyselina acetylsalicylová , komerčne dostupná vo forme tabliet, napr.: Aspirin® Acylpyrín®, Algirin	302,315,319 335	261,305/351/338
10% vodný roztok kyseliny chlorovodíkovej v sklenenej fľaši	290, 314, 335	260, 280 303/361/353 304/340/310 305/351/338
Destilovaná voda , v označenej stričke alebo fľaši	-	-
Produkt A	302,318,	280,301/312/330 305/351/338, 310
Etanol 95% , v pôvodnej sklenenej fľaši	225, 319	210, 305/351/338
Kyselina sírová 98% , v pôvodnej sklenenej fľaši	290, 314	280, 301/330/331, 303/361/353, 305/351/338/310
Etyl-acetát , v spoločnej označenej fľaši pre extrakciu	225, 319, 336	210,305/351/338, 370/378, 403/235
Roztok hydrogenuhličitanu sodného , $c = 1,0 \text{ mol/dm}^3$, v pôvodnej sklenej fľaši	-	-
Chlorid sodný nasýtený vodný roztok , v spoločnej označenej fľaši	-	-
Síran sodný bezvodý , v pôvodnej zásobnej nádobe	-	-
Oxid vápenatý , v pôvodnej zásobnej nádobe	315, 318, 335	261, 264, 271, 280, 302/352, 305/351/338
Produkt B	302	264, 270, 301/312, 501

* 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 314** Spôsobuje vážne poleptanie kože a poškodenie očí.

H 315	Dráždi kožu.
H 318	Spôsobuje vážne poškodenie očí.
H 319	Spôsobuje vážne podráždenie očí.
H 335	Môže spôsobiť podráždenie dýchacích ciest.
H 336	Môže spôsobiť ospalosť alebo závraty.

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/ 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	Uchovávať na dobre vetranom mieste. Uchovávať v chlade.
P 501	Zneškodnite obsah/ nádobu v zariadení schválenom pre likvidáciu odpadov.

Poznámka k bezpečnosti práce:

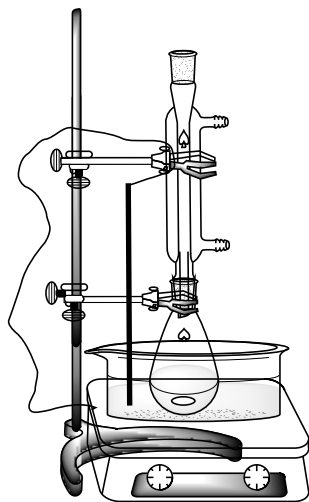
Mladiství žiaci môžu manipulovať s dráždivými látkami len pod priamym dozorom učiteľa. Po pridaní do reakčnej zmesi ich koncentrácia klesne pod limit dráždivosti.

Pracovný postup

1. Krok

Príprava produktu A:

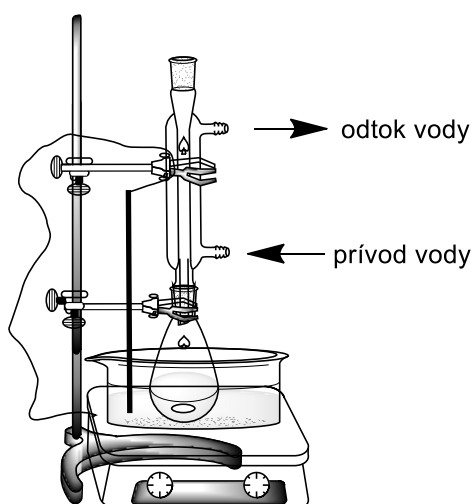
Do trecej misky vložte 1,5 g kyseliny acetylsalicylovej (tri 500 mg tablety Aspirín®) a rozdrvte ich na jemný prášok. Tento prášok preneste do 100 ml banky s okrúhlym dnom a pridajte magnetické miešadielko. Banku upevnite na stojan, podložte miešadlo s ohrevom a vodným kúpeľom, do ktorého banku ponoríte 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, vodnú vývevu a za zníženého tlaku odfiltrujte vzniknutú kryštalickú látku. Z filtračného koláča vyberte miešadielko 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 frite 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 vriť 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:

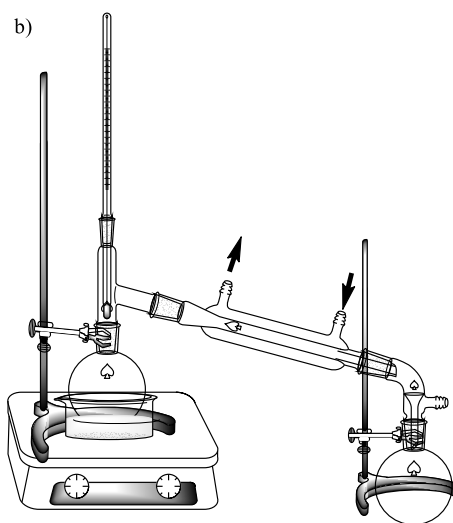
Do 100 ml banky s guľatým dnom a magnetickým miešadielkom (pri zohrievaní na magnetickom miešadle), resp. varnými kamienkami (pri zohrievaní varičom) navážte 15 g oxidu vápenatého, pridajte 60 ml 95 % etanolu a zahrievajte na olejovom kúpeli pod spätným chladičom 6 hodín (ak máte k dispozícii chlórkalciový 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, nasadzte 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!

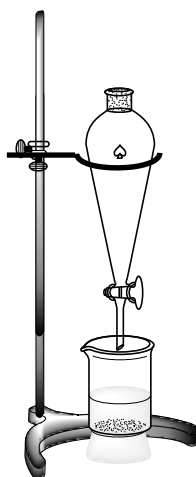
Na banku nasadíte spätný chladič, ktorý upevníte druhým lapákom a zapojte chladenie (s prúdením vody vzostupne) (**Obrázok 2**). Zmes miešajte a zahrievajte tak, aby reakčná zmes vrela 4 hodiny.

Extrakcia produktu B

Po tejto dobe vypnite zahrievanie, zdvihnite aparáturu 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_2 , 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_2SO_4 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)

Uvedte 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 mólovú 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**:

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 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.

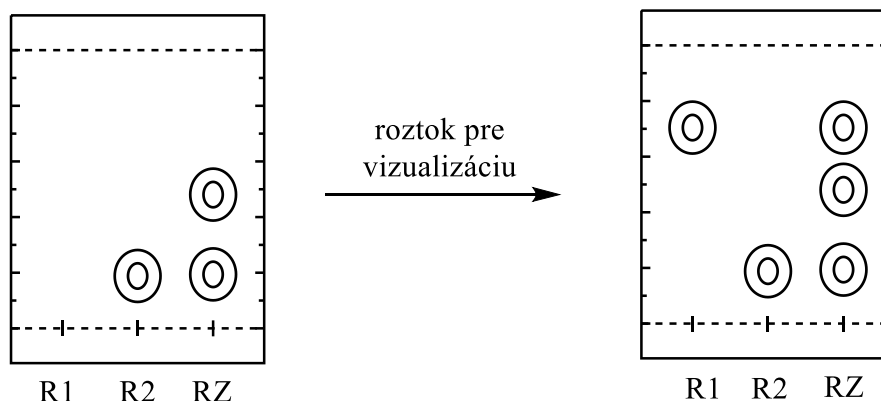
Poznámka: v spektre nie je vidieť signál vodíka COOH skupiny.

Produkt **B**:

^1H NMR (400 MHz, CDCl_3) δ : 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.

Príprava A	ekvivalent	n (mmol)	M (g/mol)	m (g)	V (ml)	ρ (g/ml)
Kyselina acetylsalicylová					-	-
HCl v 10 % Θ						1,05
produkt A (teor.množstvo)					-	-
izolované množstvo produktu A (v gramoch):						
percentuálny výťažok produktu A :						

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

Autori: Mgr. Samuel Andrejčák, Peter Dudáš, Martin Puffler, prof. RNDr. Martin Putala, CSc., RNDr. Peter Troška, PhD.,

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

Slovenská komisia Chemickej olympiády

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