

SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

57. ročník, školský rok 2020/2021

Kategória EF

Celoštátne kolo

ÚLOHY Z PRAXE

ÚLOHY Z PRAXE

Chemická olympiáda – kategória **EF** – 57. ročník – šk. rok 2020/2021

Celoštátne kolo

Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov

Doba riešenia: 300 minút

Pektíny sa nachádzajú vo všetkých druhoch zeleniny a ovocia. Rozpúšťanie pektínov vo vode nie je jednoduché, pektín má tendenciu tvoriť klky, čím sa zhoršuje jeho technologická použiteľnosť. Rozpustnosť vo vode klesá s rastúcou molekulovou hmotnosťou a stupňom esterifikácie karboxylových kyselín.

Obsah pektínu v rastlinách:

Materiál	Obsah pektínu (% sušiny)
citrusové šupky	10 – 35
jablčné šupky	19 – 20
repné odrezky	10 – 20
hrozno	6 – 9
čierne ríbezle	1,5
višne	0,4
zemiaky	2- 3

Úlohou celoštátneho kola je:

- izolácia pektínových látok zo vzorky komerčného prípravku,
- alkalimetrické stanovenie hmotnosti stavebných jednotiek s voľnou karboxylovou skupinou vo vzorke pektínu,
- komplexometrické stanovenie hmotnosti stavebných jednotiek s voľnou a esterifikovanou karboxylovou skupinou a stupňa esterifikácie.

Pri stanovení pektínových látok komplexometricky sa pektín vyzráža mednatými iónmi. Premytá zrazenina sa rozpustí v amoniaku a titruje odmerným roztokom

chelátónu 3. Tým sa stanoví množstvo medi, ktoré sa viazalo na stavebné jednotky kyseliny galakturónovej s voľnou karboxylovou skupinou. V rovnakom podiele vzorky sa zmydelnia metoxylové skupiny nadbytkom hydroxidu sodného. Po deesterifikácii sa nadbytok zneutralizuje kyselinou a následne sa pektín vyzráža meďnatými iónmi. Opäť sa zrazenina rozpustí v amoniaku a titruje chelátónom 3. Takto sa stanoví obsah celkových karboxylových skupín – voľných aj viazaných.

Poznámka:

V texte budeme ďalej označovať:

NP stavebné jednotky neesterifikovanej kyseliny galakturónovej

EP stavebné jednotky esterifikovanej kyseliny galakturónovej

Vo vzorcoch a reakciách je možné použiť:

schematický vzorec **GALAKT-COOH** pre stavebné jednotky neesterifikovanej kyseliny galakturónovej (NP)

schematický vzorec **GALAKT-COOCH₃** pre stavebné jednotky metylesteru kyseliny galakturónovej (EP)

Máte pripravené nasledujúce roztoky:

- roztok 60% etanolu,
- kyslý etanol (100 objemových dielov 60% etanolu a 5 objemových dielov koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej,
- roztok 96% etanol,
- roztok NaOH ($w = 0,4$),
- odmerný roztok chelátónu 3 s približnou koncentráciou $0,02 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,
- roztok kyseliny octovej ($w = 0,2$),
- roztok pentahydrátu síranu meďnatého ($w = 0,01$),
- roztok NaOH s $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$,
- odmerný roztok NaOH o približnej koncentrácii,
- roztok $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ($w = 0,05$),
- zriedený roztok amoniaku (1:2).

Úloha 1 Úprava vzorky

- 1.1 Do skleneného filtračného téglíka (S 3) navážte na dvojmiestnych váhach približne 2- 3 g vzorky komerčne dostupného pektínu používaného v potravinárstve.
- 1.2 K naváženej vzorke pridajte 5 cm³ kyslého etanolu, tyčinkou premiešajte a po 3 minútach prefiltrujte za zníženého tlaku.
- 1.3 Postup v bode 1.2 opakujte ešte trikrát, aby boli odstránené všetky vápenaté ióny.
- 1.4 Následne pektín v sklenenom téglíku premyte raz 60 % roztokom etanolu a raz 96 % roztokom etanolu presne podľa postupu v bode 1.2
- 1.5 Pektín vysušte pri teplote 60°C cca 30 minút.

Úloha 2 Príprava štandardných a odmerných roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť chelatónu 3, potrebného na prípravu 250 cm³ roztoku s $c = 0,02 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok s koncentráciou blízkou predpísanej hodnote je pripravený.
- 2.2 Pripravte štandardný roztok chloridu vápenatého podľa nasledujúceho postupu: s analytickou presnosťou odvážte približne 0,25 g CaCO₃ (štandardná látka). Návažok preneste do vhodnej kadičky. Pridajte 50 cm³ destilovanej vody. Postupne pridávajte roztok HCl s koncentráciou blízkou $c = 3 \text{ mol dm}^{-3}$, až kým sa CaCO₃ úplne nerozpustí. Vznikajúci CO₂ odstráňte varom (5 min.). Zo zmesi pripravte 100 cm³ štandardného roztoku. Vypočítajte presnú koncentráciu štandardného roztoku.
- 2.3 Vypočítajte objem roztoku hydroxidu sodného ($w = 0,4$) potrebný na prípravu 250 cm³ odmerného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$. Vypočítanú hodnotu si nechajte skontrolovať dozoru a použite ju na prípravu odmerného roztoku NaOH.
- 2.4 Vypočítajte hmotnosť hydrogénftalanu draselného potrebného na prípravu 100 cm³ štandardného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$. Vypočítanú hmotnosť odvážte, roztok pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.

Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Zo štandardného roztoku Ca^{2+} , ktorý ste pripravili v úlohe 2.2 pipetujte $10,00 \text{ cm}^3$ do titračnej banky. Pridajte asi 20 cm^3 demineralizovanej vody. Pomocou roztoku hydroxidu sodného s $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ upravte pH na 12, pridajte indikátor murexid a titrujte chelatónom 3. Vykonajte potrebný počet stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku.
- 3.2 Do titračnej banky odpipetujte $20,00 \text{ cm}^3$ roztoku hydrogénftalanu sodného, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.4, pridajte tymolftalein a titrujte odmerným roztokom NaOH. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu NaOH

Úloha 4 Alkalimetrické stanovenie hmotnosti stavebných jednotiek pektínu s voľnou karboxylovou skupinou

- 4.1 Z pektínu pripraveného úpravou v úlohe 1 odvážte z analytickou presnosťou $0,1 \text{ g}$, preneste do kužeľovej banky pomocou 96% etanolu a pridajte 50 cm^3 horúcej demineralizovanej vody.
- 4.2 Titrujte roztokom NaOH s presne zistenou koncentráciou v úlohe 3.2 na brómtymolovú modrú.
- 4.3 Uskutočnite potrebný počet paralelných stanovení, vypočítajte hmotnosť stavebných jednotiek pektínu (NP) s voľnou karboxylovou skupinou.

Úloha 5 Komplexometrické stanovenie hmotnosti stavebných jednotiek pektínu s voľnou karboxylovou skupinou

- 5.1 Z pektínu pripraveného úpravou v úlohe 1 odvážte z analytickou presnosťou $0,1 \text{ g}$, preneste do kadičky pomocou cca 1 cm^3 98% etanolu, rozpustíte v 100 cm^3 horúcej demineralizovanej vody na koloidný roztok.
- 5.2 Pomocou odmerného roztoku NaOH, ktorého presnú koncentráciu ste stanovili v úlohe 3.2 po kvapkách z byrety upravte pH na 7. Hodnotu pH kontrolujte pomocou pH papierika.

- 5.3 Za intenzívneho miešania pridávajúte roztok síranu meďnatého ($w = 0,01$), dovtedy, kým roztok nezostane modrý (cca 5 cm^3). Vzniknutú rôsolovitú zrazeninu pektínanu meďnatého nechajte stáť 15 minút.
- 5.4 Po 15 minútach zrazeninu prefiltrujte cez hladký papierový filter a následne premývajte vodou do negatívnej reakcie na Cu^{2+} vo filtráte. Na dôkaz Cu^{2+} použite roztok hexakynožeľeznatanu draselného (na hodinové sklíčko k niekoľkým kvapkám filtrátu pridajte $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ – v prípade pozitívnej reakcie vzniká červenohnedá zrazenina).
- 5.5 Premytú zrazeninu kvantitatívne preneste do titračnej banky a rozpustite v malom množstve amoniaku (1:2). Pridajte 0,5 g tuhého murexidu a titrujte odmerným roztokom chelatónu 3, ktorého presnú koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1 do farebnej zmeny. (ekvivalentný bod sa prejaví zmenou do jasnofialovej farby). Spotreba chelatónu 3 je úmerná látkovému množstvu voľných karboxylových skupín v pektíne.
- 5.6 Urobte potrebné množstvo stanovení. Vypočítajte hmotnosť stavebných jednotiek kyseliny galakturónovej s voľnou karboxylovou skupinou.

Úloha 6 Stanovenie hmotnosti esterifikovaných jednotiek kyseliny galakturónovej a výpočet stupňa esterifikácie.

- 6.1 Odvážte s analytickou presnosťou 0,1 g pektínu pripraveného úpravou v úlohe 1, preneste do kadičky pomocou cca 1 cm^3 98% etanolu, rozpustite v 100 cm^3 horúcej demineralizovanej vody na koloidný roztok.
- 6.2 Pridajte $20,00 \text{ cm}^3$ NaOH ktorého presnú koncentráciu ste zistili v úlohe 3.2 na zmydelnenie. Premiešajte, prikryte hodinovým sklíčkom, nechajte stáť pri laboratórnej teplote (max. 25°C) 45 - 60 minút.
- 6.3 Po zmydelnení prebytok hydroxidu sodného neutralizujte kyselinou octovou ($w = 0,2$) do pH 5. (pH kontrolujte pomocou pH papierika). Ďalej pokračujte v práci podľa postupu uvedeného v bodoch 5.3 a 5.5.
- 6.4 Urobte potrebné množstvo stanovení. Vypočítajte látkové množstvo stavebných jednotiek kyseliny galakturónovej po zmydelnení, hmotnosť

esterifikovaných stavebných jednotiek kyseliny galakturónovej a stupeň esterifikácie.

Úloha 7 Stanovenie presnej koncentrácie pripraveného roztoku CuSO_4 použitého na reakciu s pektínom

- 7.1 Zo zásobného roztoku $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ktorý máte pripravený na zrážanie pektínanu meďnatého odpipetujte $20,00 \text{ cm}^3$ do odmernej banky s objemom 50 cm^3 , doplňte po značku demineralizovanou vodou a zhomogenizujte.
- 7.2 Na analýzu pipetujte z takto pripraveného roztoku $10,00 \text{ cm}^3$ do titračnej banky, pridajte 20 cm^3 demineralizovanej vody, indikátor murexid a titrujte do prvej farebnej zmeny, následne upravte pH roztoku pridaním NaOH $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ na 12 (roztok by mal byť žltý) a dotitrujte do fialovej. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- 7.3 Vypočítajte koncentráciu roztoku síranu meďnatého, ktorým zrážate pektín.

Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty mólových hmotností:

$$M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4) = 204,22 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{CaCO}_3) = 100,1 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{chelátón 3}) = 372,24 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{esterifikovaných jednotiek pektínu}) = 190,1 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{neesterifikovaných jednotiek pektínu}) = 176,1 \text{ g mol}^{-1}$$

$$\rho (\text{NaOH } w = 0,4) = 1,43 \text{ g cm}^{-3}$$

Autori: Ing.Daniel Vašš, Ing. Alena Dolanská, Mgr.Ladislav Blaško,
Ing.Martina Gánovská, Ing.Anna Ďuricová, PhD.

Recenzenti: Ing.Daniel Vašš, Ing.Alena Olexová, Ing.Juraj Malinčík
Mgr.Pavλίna Gregorová., Ing. Martina Gánovská,
Ing.Elena Kulichová,

Redakčná úprava: Ing.Ludmila Glosová (vedúca autorského kolektívu)

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: IUVENTA – Slovenský inštitút mládeže, Bratislava 2021