

SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

58. ročník, školský rok 2021/2022

Kategória EF

Domáce kolo

ÚLOHY Z PRAXE

ÚLOHY Z PRAXE

Chemická olympiáda – kategória EF – 58. ročník – školský rok 2021/2022

Domáce kolo

Ing. Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov
Doba riešenia: bez časového obmedzenia

Úvod

Triesloviny (taníny) sú sekundárne metabolity rastlín patriace do skupiny polyfenolov. Tanín prvýkrát získal Deye a nezávisle aj Seguin už v roku 1797, napriek tomu chemická podstata a štruktúra takmer všetkých zostala nejasná aj na začiatku 20. storočia. Stalo sa tak preto, lebo väčšina z nich nie je schopná kryštalizácie a bolo ťažké ich získať v čistej forme. Vo všeobecnosti sú to látky vyznačujúce sa vysokou molekulovou hmotnosťou v rozmedzí 500–3000 g/mol. I napriek svojej vysokej molekulovej hmotnosti sú rozpustné vo vode. Obvykle vykazujú reakcie typické pre fenoly – modré sfarbenie s chloridom železitým, zrážajú sa alkaloidmi, želatínou a ďalšími proteínmi.



Taníny rozdeľujeme do dvoch veľkých skupín:

- hydrolyzovateľné triesloviny, ktorých základ tvorí kyselina gallová alebo kyselina ellagová,
- kondenzované - katechínové triesloviny

Hydrolyzovateľné		Kondenzované	
 <chem>Oc1cc(O)c(O)c(C(=O)O)c1</chem>	 <chem>Oc1c2c(O)c(O)c(O)c2c(O)c1O</chem>	 <chem>O=C1C=CC(=O)Oc2ccccc12</chem>	 <chem>Oc1c(O)c(O)c(O)c(O)c1O</chem>
kyselina gallová	kyselina ellagová	flavon	katechin

Používajú sa ako potravinárske aditíva, pôsobia na organizmus ako antioxidanty. Posilňujú imunitný systém, majú protizápalové a antimikrobiálne účinky, zvyšujú absorpciu vitamínu C, znižujú hladinu cholesterolu, krvný tlak a riziko vzniku nádorov. Potravinárskym zdrojom trieslovín sú čierny čaj, víno (predovšetkým červené), ovocie (granátové jablko, jahoda) čokoláda, kakao, orechy, pivo.

Na stanovenie trieslovín bolo vyvinutých množstvo fotometrických metód. Najšpecifický štandard pre ich stanovenie je náročné. Je to spôsobené zložitou rastlinných fenolov, ako aj existujúcimi rozdielmi v reaktivite voči použitým činidlám. Bežne používané metódy pre stanovenie sú: metóda s použitím Pruskej modrej (Prussian Blue test), Folin-Denisova metóda, ktorá bola neskôr modifikovaná Folinom a Ciocalteuom. Sú založené na oxidačno-redukčných reakciách. Reagencie Folin-Denis a Folin-Ciocalteu nie sú špecifické a detegujú všetky fenolové skupiny nachádzajúce sa v extraktoch vrátane tých, ktoré sa vyskytujú v extrahovateľných proteínoch. Taktiež je možné stanoviť triesloviny klasickými metódami ako gravimetria alebo volumetrickými metódami (jodometria a manganometria).

Odporúčaná literatúra:

Čermáková, L. a kol.: Analytická chémia 1, 2. vydanie, Bratislava ALFA, 1990

Daučík, K. a kol.: Chemické laboratórne tabuľky, Bratislava ALFA, 1984

Príbela, A: Analýza potravín: Cvičenie. 2.vyd. Bratislava: STU, 1991

Štulík, K. a kol. : Analytická chémia 2. Bratislava, Alfa, 1993

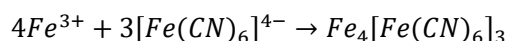
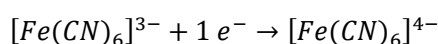
Elektronická verzia učebnice Analytická chémia I a II, Bratislava, STU, 1996, dostupná na webovej stránke Ústavu analytickej chémie FCHPT STU

<http://www.chtf.stuba.sk/kalch/eAC.php>

Náplňou úloh študijného kola je:

- izolácia trieslovín zo vzorky čierneho čaju,
- jodometrické stanovenie koncentrácie zásobného roztoku kyseliny askorbovej, ktorú použijete ako štandard na prípravu kalibračnej čiary,
- meranie kalibračnej čiary s použitím kyseliny askorbovej ako štandardu,
- stanovenie trieslovín v extrakte fotometricky pomocou Pruskej modrej,
- stanovenie trieslovín manganometricky,

Stanovenie trieslovín fotometricky je založené na tom, že triesloviny reagujú so železitanom, ktorý redukuje na železnatan a ten reaguje s Fe(III) za vzniku berlínskej (pruskej) modrej.



Ako štandard je možné použiť tanín - komerčný prípravok, kyselinu galovú alebo kyselinu askorbovú, ktoré poskytujú so železom v oxidačnom stupni III rovnaké reakcie ako triesloviny. Kyselina askorbová nie je štandardnou látkou a preto je potrebné stanoviť presnú koncentráciu zásobného roztoku jodometricky.

Pri odmernom manganometrickom stanovení sa najskôr stanoví všetky oxidovateľné látky v extrakte vzorky, následne sa triesloviny adsorbujú na aktívnom uhlí a vo filtráte sa stanoví ostatné oxidovateľné látky. Z rozdielu sa vypočíta obsah trieslovín.

Máte k dispozícii nasledujúce tuhé látky a pripravené nasledujúce roztoky:

- čierny čaj,
- roztok HCl s $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$,
- FeCl_3 , tuhá látka,
- $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, tuhá látka,
- roztok kyseliny askorbovej o neznámej koncentrácii,
- manganistan draselný, tuhá látka,
- kyselina šťaveľová p.a. tuhá látka,
- indigokarmín, roztok pripravený v kyseline sírovej,
- kyselina sírová $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$,
- tuhý jodičnan draselný,
- tuhý jodid draselný,
- škrobový maz,
- aktívne uhlie.

Úloha 1 Príprava extraktu z čaju

- 1.1 Do kadičky s objemom 400 cm^3 odvážte s analytickou presnosťou 4g sypaného čierneho čaju.
- 1.2 K naváženej vzorke pridajte 150 cm^3 destilovanej vody a varte 15 minút. Odparenú vodu po 15 minútach doplňte (tým sa zmes ochladí).
- 1.3 Extrakt zlejte cez skladaný filter a filtrát zachytávajte do odmernej banky s objemom 500 cm^3 . Snažte sa, aby v kadičke ostal tuhý podiel čaju.
- 1.4 Do tej istej kadičky pridajte opäť 150 cm^3 destilovanej vody a varte 15 minút. Následne vzorku spracujte tak ako v bode 1.3.
- 1.5 Vykonajte tretiu extrakciu podľa postupu 1.2. Ešte teplú zmes po tretej extrakcii prefiltrujte.

- 1.6 Filtrát v odmernej banke doplňte po rysku. Filtrát opäť zachytávajte v odmernej banke a po ukončení filtrácie doplňte po rysku.

Úloha 2 Príprava roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť manganistanu draselného potrebného na prípravu 250 cm³ s $c = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok pripravte.
- Poznámka:** Manganistan draselný sa vo vode rozpúšťa pomerne pomaly, preto odporúčame pripraviť si tento roztok minimálne 24 hodín pred jeho použitím.
- 2.2 Vypočítajte hmotnosť kyseliny šťaveľovej potrebnú na prípravu 100 cm³ zásobného roztoku základnej látky s koncentráciou 0,025 mol dm⁻³. Roztok pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.
- 2.3 Vypočítajte objem koncentrovanej kyseliny sírovej, potrebný na prípravu 250 cm³ roztoku s koncentráciou blízkou $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok máte pripravený.
- 2.4 Pripravte štandardný roztok jódu podľa nasledujúceho postupu: V kadičke s objemom 150 cm³ rozpustíte 2,5 g KI a s analytickou presnosťou navážený 0,1 g jodičnanu draselného v 50 cm³ destilovanej vody. Pridajte 12 cm³ kyseliny sírovej s $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$, prelejte do odmernej banky a doplňte na celkový objem 200 cm³. Zapište reakciu uvoľnenia jódu z roztoku a vypočítajte koncentráciu jódu v odmernom roztoku.
- 2.5 Vypočítajte hmotnosť hexakyanidoželezitanu draselného potrebnú na prípravu 50 cm³ roztoku s koncentráciou 0,008 mol dm⁻³. Roztok pripravte.
- 2.6 Vypočítajte hmotnosť chloridu železitého potrebnú na prípravu 50 cm³ roztoku s koncentráciou 0,1 mol dm⁻³. Naváženú hmotnosť rozpustíte v roztoku HCl s $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ a doplňte po rysku roztokom HCl.

Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Do titračnej banky odpipetujte 20 cm³ štandardného roztoku kyseliny šťaveľovej s $c = 0,025 \text{ mol. dm}^{-3}$, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.2, pridajte 10 cm³ demineralizovanej vody a 10 cm³ roztoku kyseliny sírovej s koncentráciou $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$, ohrejte na 80 až 90°C a horúcu zmes titrujte odmerným roztokom KMnO₄ do ružového sfarbenia, ktoré je stále aspoň 30 sekúnd. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu KMnO₄.

- 3.2 Do titračnej banky odpipetujte 20 cm³ roztoku jódu, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.4, titrujte odmerným roztokom kyseliny askorbovej, ktorý máte pripravený, do žltá, pridajte 1 cm³ škrobového mazu a titrujte do odfarbenia. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku kyseliny askorbovej.

Úloha 4 Meranie kalibračnej čiary kyseliny askorbovej na fotometrické stanovenie

- 4.1 Z roztoku kyseliny askorbovej, ktorej presnú koncentráciu ste stanovili v úlohe 3.2 pripravte zriedený roztok: do odmernej banky s objemom 200 cm³ odpipetujte 20 cm³ roztoku kyseliny askorbovej, doplňte po rysku a starostlivo zhomogenizujte. Vypočítajte hmotnostnú a molárnu koncentráciu roztoku.
- 4.2 Do odmernej banky s objemom 100 cm³ pipetujte 1 cm³ zriedeného roztoku kyseliny askorbovej, ktorú ste pripravili v úlohe 4.1.
- 4.3 Pridajte 40 cm³ destilovanej vody 1 cm³ roztoku K₃[Fe(CN)₆] pripraveného v úlohe 2.5. a 1 cm³ roztoku FeCl₃ pripraveného v úlohe 2.6.
- 4.4 Roztok doplňte po rysku, zhomogenizujte a ihneď merajte absorbanciu roztoku pri 700 nm voči demineralizovanej vode.
- 4.5 Postupom opísaným v bodoch 4.2, 4.3, 4.4 stanovte absorbanciu pre objemy kyseliny askorbovej 2, 3, 4, 5 cm³.
- 4.6 Vypočítajte skutočnú koncentráciu kyseliny askorbovej v roztokoch, ktoré ste použili na fotometrické stanovenia. Výsledok uveďte v μmol cm⁻³ a prepočítajte na μg cm⁻³.
- 4.7 Z vypočítaných hodnôt koncentrácie a nameraných hodnôt absorbancie zostrojte kalibračnú čiaru.

Poznámka: Na meranie štandardných roztokov použite stále rovnakú kyvetu s presne známou hrúbkou blízko 1 cm. Pre každý štandardný roztok vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

Pokiaľ nie je možné merať absorbanciu pri 700 nm (staršie prístroje Spekol 11) je možné použiť inú vhodnú vlnovú dĺžku nad 600 nm. (rovnakú pre všetky merania)

Úloha 5 Fotometrická analýza čajového extraktu

- 5.1 Zo zásobného roztoku vzorky, ktorý ste pripravili v úlohe 1.5 pipetujte 1 cm^3 do odmernej banky s objemom 250 cm^3 .
- 5.2 Do odmernej banky pridajte 40 cm^3 destilovanej vody, 1 cm^3 roztoku $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ pripraveného v úlohe 2.6 a 1 cm^3 roztoku FeCl_3 s koncentráciou $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ pripraveného v úlohe 2.5.
- 5.3 Roztok doplňte po rysku, zhomogenizujte a ihneď merajte absorbanciu roztoku pri 700 nm voči demineralizovanej vode.
- 5.4 Z nameranej hodnoty absorbancie vzorky a kalibračnej čiary, ktorú ste zostrojili v úlohe 4.7 určte motnostnú koncentráciu trieslovín vo vzorke. Vypočítajte hmotnostný zlomok trieslovín v pôvodnej vzorke.

Úloha 6 Manganometrické stanovenie trieslovín

- 6.1 Do kadičky odpipetujte 50 cm^3 čajového extraktu pripraveného v úlohe 1. Pridajte 2 g aktívneho uhlia, zmes temperujte na vriacom vodnom kúpeli 10 minút za občasného miešania. Potom zmes prefiltrujte do titračnej banky, pridajte 10 cm^3 roztoku indigokarmínu, 10 cm^3 zriedenej kyseliny sírovej (roztok $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$) a 50 cm^3 vody. Za stáleho miešania roztok titrujte odmerným roztokom KMnO_4 , ktorého koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1 do zlatožltého sfarbenia.
- 6.2 Do titračnej banky pipetujte 50 cm^3 čajového extraktu pripraveného v úlohe 1, pridajte 10 cm^3 roztoku indigokarmínu, 10 cm^3 zriedenej kyseliny sírovej (roztok $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$) a 50 cm^3 vody. Za stáleho miešania roztok titrujte odmerným roztokom KMnO_4 , ktorého koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1 do zlatožltého sfarbenia.
- 6.3 Obsahu trieslovín v mg sa vypočíta z rozdielu spotrieb odmerného roztoku KMnO_4 vynásobený empirickým faktorom.

Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty:

Pre výpočet pri manganometrickom stanovení použite empirický faktor:

Spotreba 1 ml KMnO_4 s $c = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ predstavuje $2,09 \text{ mg}$ trieslovín

Odpoveďový hárok z analytickej PRAXE

Škola:	
Meno súťažiaceho:	
Celkový počet pridelených bodov:	Podpis hodnotiteľa:
Úloha 1	Navážená hmotnosť čaju $m(VZ)=$
Úloha 2.1	Výpočet hmotnosti manganistanu draselného:
	Použitá hmotnosť manganistanu $m(OR)=$
Úloha 2.2	Výpočet hmotnosti kyseliny šťaveľovej:
	Navážená hmotnosť $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ $m(\check{S}T1)=$
	Výpočet presnej koncentrácie zásobného roztoku:

Úloha 2.3	Výpočet objemu kyseliny sírovej:		
Úloha 2.4	Navážená hmotnosť KIO_3	$m(\check{S}T2)=$	
	Zápis chemickej reakcie vzniku I_2 :		
	Výpočet presnej koncentrácie I_2 :		
Úloha 2.5	Výpočet hmotnosti $K_3[Fe(CN)_6]$:		
Úloha 2.6	Výpočet hmotnosti $FeCl_3$:		
Úloha 3.1	Spotreba odmerného roztoku $KMnO_4$:		
	Akceptovaná hodnota: $V(ODM1)$		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri štandardizácii:		
	Výpočet presnej koncentrácie roztoku $KMnO_4$:		

Úloha 3.2	Spotreba odmerného roztoku kyseliny askorbovej:						
	Akceptovaná hodnota: $V(ODM2)$						
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:						
	Výpočet presnej koncentrácie roztoku kyseliny askorbovej:						
Výpočet presnej hmotnostnej koncentrácie roztoku c_m ($C_6H_8O_6$), ktorý sa použije na prípravu štandardného roztoku pre fotometrické stanovenie							
Úloha 4.1	Výpočet hmotnostnej a molárnej koncentrácie zriedeného štandardného roztoku $C_6H_8O_6$						
Úloha 4.6	Vzorový výpočet hmotnostnej a molárnej koncentrácie roztoku $C_6H_8O_6$ pre fotometriu pri pipetovanom objeme 5 ml :						
	Pipetovaný objem zásobného roztoku						jednotky
	c ($C_6H_8O_6$)						
	c_m ($C_6H_8O_6$)						
	A_1						
	A_2						
	$A_{priemer}$						

Úloha 4.7	Kalibračná čiara (príloha na mm papieri alebo vytlačené v programe excel)			
Úloha 5	Namerané hodnoty absorbančie vzorky:			
	Výpočet priemeru:			
	Odčítaná hodnota c_m trieslovín:			
	Vypočítaná hodnota c_m trieslovín v pôvodnom roztoku:			
Výpočet hmotnostného zlomku trieslovín vo vzorke:				
Úloha 6.1	Spotreba odmerného roztoku $KMnO_4$ po adsorpcii na aktívnom uhlí:			
	Akceptovaná hodnota: $V1(KMnO_4)$			
Úloha 6.2	Spotreba odmerného roztoku $KMnO_4$ na čajový extrakt:			
	Akceptovaná hodnota: $V2(KMnO_4)$			
Úloha 6.3	Výpočet hmotnosti trieslovín v pipetovanom objeme:			
	Výpočet hmotnosti trieslovín v extrakte:			

	Výpočet hmotnostného zlomku trieslovín vo vzorke:
--	---

Autori: Ing.Daniel Vašš, Ing. Alena Olexová, 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