

## ÚLOHY Z PRAXE

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

### Školské kolo

#### Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov

Doba riešenia: 240 minút

Termín tannin pochádza zo starovekého keltského slova tann, znamenajúci dub, ktorý predstavoval typický zdroj tanínov. Taníny boli využívané ako činidlo na spracovanie zvieracích koží, kvôli ich schopnosti reagovať s proteínmi obsiahnutými v koži zvierat. Komerčne používané taníny sú polyfenolické zlúčeniny extrahované buď z rastliny jedného botanického druhu alebo zo zmesi viacerých, zahŕňajúce hrozno, dub, gaštan. Tieto látky majú dobré antimikrobiálne účinky (roztok tanínu bol používaný americkou armádou počas 2. svetovej vojny na ošetrovanie rán). Taníny sa viac vyskytujú v dvojkľúčolistových ako v jednokľúčolistových rastlinách.

*Náplňou úloh školského kola je:*

- *izolácia trieslovín zo vzorky zeleného čaju,*
- *jodometrické stanovenie koncentrácie zásobného roztoku kyseliny askorbovej nepriamou titráciou (roztok sa použije ako štandard pre fotometrické stanovenie),*
- *určenie molárneho absorpčného koeficienta Pruskej modrej,*
- *stanovenie trieslovín v extrakte fotometricky pomocou Pruskej modrej,*
- *manganometrické stanovenie trieslovín v zelenom čaji s využitím adsorpcie na aktívnom uhlí.*

Stanovenie trieslovín fotometricky je založené na tom, že triesloviny reagujú so železitanom (centrálny atóm Fe v oxidačnom stupni III), ktorý redukujú na železnatan. Ten reaguje s Fe(III) za vzniku berlínskej (pruskej) modrej. V tomto kole nebudete robiť meranie pomocou kalibračnej čiary, ale triesloviny stanovíte výpočtom z Lambertovho-Beerovho zákona. Ako štandard na stanovenie molárneho absorpčného koeficienta použijete kyselinu askorbovú. Pri odmernom manganometrickom stanovení sa najskôr stanovia všetky oxidovateľné látky

v extrakte vzorky, následne sa triesloviny adsorbujú na aktívnom uhlí a po prefiltrovaní sa vo filtráte stanovujú ostatné oxidovateľné látky. Z rozdielu spotrieb sa obsah trieslovín vypočíta pomocou empirickej rovnice.

Máte k dispozícii nasledujúce tuhé látky a pripravené nasledujúce roztoky:

- zelený čaj,
- roztok  $\text{FeCl}_3$  ( $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ ) v  $\text{HCl}$  ( $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ ),
- roztok  $0,008 \text{ mol dm}^{-3} \text{ K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,
- roztok kyseliny askorbovej s neznámou koncentráciou,
- roztok manganistanu draselného s približnou koncentráciou  $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ ,
- šťaveľan sodný, p.a. tuhá látka,
- indigokarmín, roztok pripravený v kyseline sírovej,
- kyselina sírová  $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$ ,
- kyselina chlorovodíková  $c = 1 \text{ mol.dm}^{-3}$ ,
- tuhý jodid draselný,
- tuhý jodičnan draselný,
- škrobový indikátor, roztok,
- aktívne uhlie.

### Úloha 1 Príprava extraktu z čaju

- 1.1 Do kadičky s objemom  $400 \text{ cm}^3$  odvážte s analytickou presnosťou 4g sypaného zeleného čaju.
- 1.2 K naváženej vzorke pridajte  $150 \text{ cm}^3$  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  $500 \text{ cm}^3$ . Snažte sa, aby v kadičke ostal tuhý podiel čaju (rafinát).
- 1.4 Do tej istej kadičky pridajte k rafinátu opäť  $150 \text{ cm}^3$  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 opäť zachytávajte do odmernej banky a po ukončení filtrácie a vychladnutí spojených extraktov doplňte objem po rysku demineralizovanou vodou.

## Úloha 2 Príprava roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť šťaveľanu sodného potrebnú na prípravu  $100 \text{ cm}^3$  zásobného roztoku základnej látky s koncentráciou  $0,025 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok pripravte a vypočítajte jeho presnú koncentráciu.
- 2.2 Vypočítajte hmotnosť jodičnanu draselného potrebného na prípravu  $250 \text{ cm}^3$  štandardného roztoku s koncentráciou  $0,002 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok pripravte.

## Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Do titračnej banky odpipetujte  $20,00 \text{ cm}^3$  štandardného roztoku šťaveľanu sodného s  $c = 0,025 \text{ mol dm}^{-3}$ , ktorý ste si pripravili v úlohe 2.1, pridajte  $10 \text{ cm}^3$  demi-neralizovanej vody a  $10 \text{ cm}^3$  roztoku kyseliny sírovej s koncentráciou  $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ . Zmes ohrejte na  $80$  až  $90^\circ\text{C}$  a za horúca titrujte odmerným roztokom  $\text{KMnO}_4$  do ružového sfarbenia, ktoré je stále aspoň 30 sekúnd. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu  $\text{KMnO}_4$ .
- 3.2 Do titračnej banky odpipetujte  $20,00 \text{ cm}^3$  roztoku kyseliny askorbovej ktorý máte pripravený, pridajte  $25 \text{ cm}^3$  roztoku  $\text{HCl}$  s koncentráciou  $c = 1 \text{ mol dm}^{-3}$  a roztok dobre premiešajte krúživým pohybom. Pridajte asi  $1 - 2 \text{ cm}^3$  škrobového roztoku a titrujte roztokom jodičnanu draselného do trvalého modrého sfarbenia. Koniec titrácie sa prejaví tak, že nadbytočný jodičnan reaguje okamžite s jodidovými aniónmi, ktoré vznikli reakciou v roztoku, pričom sa uvoľní jód, ktorý sfarbí pridaný škrobový indikátor na modro.

## Úloha 4 Stanovenie molárneho absorpčného koeficienta pre 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  $200 \text{ cm}^3$  pipetujte  $20,00 \text{ cm}^3$  roztoku kyseliny askorbovej, doplňte po rysku demineralizovanou vodou a starostlivo zhomogenizujte. Vypočítajte molárnu koncentráciu zriedeného roztoku.

- 4.2 Vypočítajte objemy zriedeného štandardného roztoku kyseliny askorbovej potrebné na prípravu 100 cm<sup>3</sup> dvoch roztokov s koncentráciou blízkou 0,01 mmol dm<sup>-3</sup> a 0,025 mmol dm<sup>-3</sup>.
- 4.3 Pripravte roztoky na fotometrické meranie: do odmernej banky s objemom 100 cm<sup>3</sup> odpipetujte objem zriedeného štandardného roztoku vypočítaný v úlohe 4.2. Pridajte 40 cm<sup>3</sup> destilovanej vody, 1 cm<sup>3</sup> roztoku 0,008 mol dm<sup>-3</sup> K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>], a 1 cm<sup>3</sup> roztoku FeCl<sub>3</sub> s koncentráciou 0,1 mol dm<sup>-3</sup> pripraveného v 0,1 mol dm<sup>-3</sup> HCl.
- 4.4 Roztok doplňte po rysku, zhomogenizujte a ihneď merajte absorbančiu roztoku pri vlnovej dĺžke  $\lambda = 700$  nm voči demineralizovanej vode.
- 4.5 Postupom opísaným v bode 4.3 a 4.4 stanovte absorbančiu pre druhý roztok.
- 4.6 Vypočítajte skutočnú koncentráciu pripravených roztokov.
- 4.7 Z vypočítaných a nameraných hodnôt vypočítajte molárny absorpčný koeficient prúskej modrej.

**Poznámka:**

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

Pokiaľ nie je možné merať absorbančiu 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 1.6 pipetujte 1,00 cm<sup>3</sup> do odmernej banky s objemom 250 cm<sup>3</sup>.
- 5.2 Do odmernej banky pridajte 40 cm<sup>3</sup> destilovanej vody, 1 cm<sup>3</sup> roztoku K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] a 1 cm<sup>3</sup> roztoku FeCl<sub>3</sub> s koncentráciou 0,1 mol dm<sup>-3</sup> pripraveného v 0,1 mol dm<sup>-3</sup> HCl.
- 5.3 Doplňte po rysku, zhomogenizujte a ihneď merajte absorbančiu roztoku pri 700 nm voči demineralizovanej vode v kyvete s presne známou hrúbkou blízkou 1 cm. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

- 5.4 Z nameranej hodnoty absorbancie vzorky a vypočítaného molárneho absorpčného koeficienta vypočítajte koncentráciu trieslovín a výsledok prepočítajte na hmotnostný zlomok trieslovín.

### Úloha 6 Manganometrické stanovenie trieslovín

- 6.1 Do kadičky odpipetujte 50,00 cm<sup>3</sup> čajového extraktu pripraveného v úlohe 1. Pridajte 2 až 3 g aktívneho uhlia a zmesa občasného miešania temperujte 10 minút vo vriacom vodnom kúpeli. Suspenziu prefiltrujte do titračnej banky, filtračný koláč niekoľkokrát premyte horúcou vodou, pridajte 10 cm<sup>3</sup> roztoku indigokarmínu, 10 cm<sup>3</sup> zriedenej kyseliny sírovej ( $c = 2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) a 50 cm<sup>3</sup> vody. Za stáleho miešania roztok titrujte odmerným roztokom KMnO<sub>4</sub>, ktorého koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1 do zlatožltého sfarbenia.
- 6.2 Do titračnej banky pipetujte 50,00cm<sup>3</sup> čajového extraktu pripraveného v úlohe 1, pridajte 10 cm<sup>3</sup> roztoku indigokarmínu, 10 cm<sup>3</sup> zriedenej kyseliny sírovej  $c = 2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) a 50 cm<sup>3</sup> vody. Za stáleho miešania roztok titrujte odmerným roztokom KMnO<sub>4</sub>, ktorého koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1 do zlatožltého sfarbenia.
- 6.3 Obsah trieslovín v mg vypočítajte z rozdielu spotrieb (v cm<sup>3</sup>) podľa empirickej rovnice:

$$m = \frac{(V_2 - V_1) \text{cm}^3 \times c (\text{KMnO}_4 \text{skut.}) \text{mol dm}^{-3}}{0,01 \text{mol dm}^{-3}} \times 2,09 \text{mgcm}^{-3}$$

#### Poznámka:

V prípade potreby si od dozoru môžete vyžiadať potrebné rovnice chemických reakcií, aby ste mohli realizovať potrebné výpočty. Za tieto reakcie vám nebudú pridelené body v riešení úloh odpoďového hárka.

Pre výpočet pri manganometrickom stanovení použite empirický faktor:

Spotreba 1 ml KMnO<sub>4</sub> s  $c = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$  predstavuje 2,09 mg trieslovín

$$M(\text{KIO}_3) = 214 \text{ g mol}^{-1} \quad M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 134 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{kyselina gallová } \text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5) = 170,12 \text{ g mol}^{-1}$$

## Odpoveďový hárok z analytickej PRAXE

Škola:	
Meno súťažiaceho:	
Celkový počet pridelených bodov:	Podpis hodnotiteľa:
<b>Úloha 1</b>	Navážená hmotnosť čaju $m(VZ)=$
<b>Úloha 2.1</b>	Výpočet hmotnosti šťaveľanu sodného:
	Použitá hmotnosť šťaveľanu sodného: $m(\check{S}T1)=$
<b>Úloha 2.2</b>	Výpočet presnej koncentrácie roztoku šťaveľanu sodného:
	Použitá hmotnosť $KIO_3$ : $m(\check{S}T2)=$

	Výpočet presnej koncentrácie roztoku:			
<b>Úloha</b> <b>3.1</b>	Spotreba odmerného roztoku $\text{KMnO}_4$ :			
	Akceptovaná hodnota: $V(\text{ODM1})$			
	Stechiometrický zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri štandardizácii:			
	Výpočet presnej koncentrácie roztoku $\text{KMnO}_4$ :			
<b>Úloha</b> <b>3.2</b>	Spotreba odmerného roztoku $\text{KIO}_3$ :			
	Akceptovaná hodnota: $V(\text{ODM2})$			
	Zápis dvoch chemických reakcií, ktoré prebehli pri stanovení:			

	Výpočet presnej koncentrácie roztoku kyseliny askorbovej:	
<b>Úloha</b> <b>4</b>	Iónový zápis reakcií vzniku prúskej modrej	
	Výpočet koncentrácie zriedeného roztoku kyseliny askorbovej:	
	Vzorový výpočet objemov štandardného roztoku kyseliny askorbovej:	
	Koncentrácia	objem
Výpočet skutočnej koncentrácie roztokov pripravených v úlohe 4.2		



	Koncentrácia zriedeného roztoku kyseliny askorbovej	$A_1$	$A_2$	$A_{\text{priemer}}$
	Hrúbka kvety	$l =$		
	Výpočet molárneho absorpčného koeficienta			
<b>Úloha 5</b>	Namerané hodnoty absorbancie vzorky			
	Akceptovaná hodnota:			
	Výpočet koncentrácie trieslovín			
	Výpočet $c_m$ trieslovín vyjadrených ako kyselina gallová			

	Výpočet hmotnostného zlomku trieslovín vo vzorke:			
<b>Úloha 6.1</b>	Spotreba odmerného roztoku $\text{KMnO}_4$ po absorpcii na uhlí:			
	Akceptovaná hodnota: $V1(\text{KMnO}_4)$			
<b>Úloha 6.2</b>	Spotreba odmerného roztoku $\text{KMnO}_4$ v čajovom extrakte:			
	Akceptovaná hodnota: $V2(\text{KMnO}_4)$			
<b>Úloha 6.3</b>	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 2022