

SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

58. ročník, školský rok 2021/2022

Kategória EF

Celoštátne kolo

ÚLOHY Z PRAXE

ÚLOHY Z PRAXE

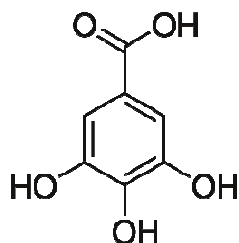
Chemická olympiáda – kategória **EF** – 58. ročník – šk. rok 2021/2022

Celoštátne kolo

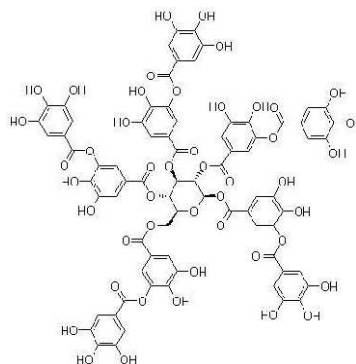
Ing. Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov
Doba riešenia: 300 minút

Význam trieslovín pre rastliny nie je úplne objasnený. Predpokladá sa, že sú to rezervné látky, ktoré majú baktericídne a fungicídne vlastnosti, zabraňujú hnilobe dreva, majú ochrannú funkciu pred pôvodcami patogénnych chorôb. Predpokladá sa, že zvýšená tvorba trieslovín v rastline je spôsob ich ochrany pred infekciami, hmyzom a herbivormi. Vysoký obsah tanínov nájdeme v hrozne, čajových listoch, vlašských orechoch, mandliach, tmavej čokoláde, škorici, klinčekoch, šalvii, tymiane, granátovom jablku, trnkách a čučoriedkach. Taníny chutia sucho a zvieravo a môžeme ich cítiť najmä v strede jazyka. Pôsobia aj na ľudský organizmus ako antioxidanty, posilňujú imunitný systém, majú protizápalové a antimikrobiálne účinky.



Obrázok 1: kyselina gallová



Obrázok 2 : kyselina trieslová

Náplňou úloh celoštátneho kola je:

- izolácia trieslovín zo vzorky čiernemu čaju,
- určenie molového absorpčného koeficientu
- stanovenie trieslovín v extrakte fotometricky s Folin–Ciocalteuovým fenolovým činidlom,
- stanovenie trieslovín jodometricky

Stanovenie trieslovín fotometricky pomocou Folin-Ciocalteuovho činidla je pomerne rozšírená metóda určenia tzv. polyfenolového indexu. Metóda je založená na redukcii činidla pozostávajúceho zo zmesi fosfomolybdénanu a fosfowolframenu polyfenolmi a merania absorbancie pri 700-760 nm. Predpokladá sa, že vzniknutá modrá farba je spôsobená redukčnými produktmi wolfrámu a molybdénu. Reakcia prebehne kvantitatívne v alkalických podmienkach (roztok uhličitanu sodného). Pri odmernom jodometrickom stanovení sa stanovujú triesloviny nepriamo, ako nezreagované množstvo Cu^{2+} , ktoré sa nevyzrážalo trieslovinami. Samozrejme je potrebné uskutočniť slepý pokus. Percento trieslovín sa určí z rozdielu spotrieb pomocou empirického faktora.

Na stole máte k dispozícii tuhé látky a pripravené roztoky:

- čierny čaj,
- zriedený roztok Folin-Ciocalteuovho činidla v pomere 1:9,
- nasýtený roztok uhličitanu sodného (29,4 g uhličitanu sodného v 100 cm^3 vody),
- roztok kyseliny gallovej,
- roztok $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ o približnej koncentrácii,
- kyselina octová $w = 0,5$,
- kyselina sírová $c = 2 \text{ mol.dm}^{-3}$,
- tuhý jodičnan draselný,
- tuhý jodid draselný,
- škrobový maz,
- nasýtený roztok KI
- roztok tiosíranu sodného o približnej koncentrácii,
- 10% KSCN

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. Po 15 minútach varu doplňte odparenú vodu a tým zmes ochlaďte.
- 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 Vykonajte druhú extrakciu: k rafinátu v kadičke 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: k rafinátu po druhej extrakcii pridajte opäť 150 cm³ destilovanej vody a varte 15 minút.
- 1.6 Ešte teplú (nie horúcu) zmes po tretej extrakcii prefiltrujte, filtrát opäť zachytávajte do odmernej banky.
- 1.7 Spojené extrakty v odmernej banke doplňte po rysku a starostlivo zhomogenizujte.

Úloha 2 Príprava roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť kyseliny gallovej potrebnej na prípravu 100 cm³ s $c_m = 1$ mg/1cm³. Z uvedených údajov na odmernej banke vypočítajte presnú molárnu a hmotnostnú koncentráciu roztoku.
- 2.2 Vypočítajte hmotnosť pentahydrátu síranu meďnatého potrebného na prípravu 100 cm³ roztoku s koncentráciou 0,22 mol dm⁻³. Roztok máte pripravený.
- 2.3 Vypočítajte hmotnosť pentahydrátu tiosíranu sodného potrebného na prípravu 200 cm³ odmerného roztoku s koncentráciou 0,1 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, pridajte s analytickou presnosťou odvážený jodičnan draselný (hodnota blízka 0,5700 g), 50 cm³ destilovanej vody a 12 cm³ kyseliny sírovej ($c = 2$ mol dm⁻³). Zmes prelejte do odmernej banky a doplňte na celkový objem 250 cm³. Zapište reakciu uvoľnenia jódu z reakčnej zmesi a vypočítajte koncentráciu jódu v odmernom roztoku.

Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Do jódovej banky pipetujte 20,0 cm³ štandardného roztoku jódu, ktorý ste pripravili v úlohe 2.4. Opláchnite steny banky a titrujte odmerným roztokom tiosíranu sodného s približnou koncentráciou $c = 0,1$ mol dm⁻³ do žltého sfarbenia. Pridaním 1 cm³ škrobového mazu prevedte farbu roztoku na tmavomodrú a dotitrujte do odfarbenia. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- 3.2 Na stanovenie presnej koncentrácie síranu meďnatého si zo zásobného roztoku síranu meďnatého pripravte zriedený roztok odpipetovaním 25 cm³ roztoku a kvantitatívne preneste do odmernej banky s objemom 50 cm³. Roztok zhomogenizujte a pipetujte 10,0 cm³ do jódovej banky, pridajte 5 cm³ roztoku kyseliny sírovej s $c = 2$ mol dm⁻³ a 3 cm³ nasýteného roztoku KI. Banku uzavrite a nechajte 15 minút stáť v tme. Uvoľnený jód titrujte tiosíranom sodným, ktorého presnú

koncentráciu ste stanovili v úlohe 3.1. do žltého sfarbenia, pridajte 2 cm^3 škrobového mazu a 10 cm^3 10% KSCN. Dotitrujte do odfarbenia.

Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení. Zapište rovnice ktoré vystihujú reakcie, ktoré pri stanovení prebehli a vypočítajte koncentráciu med'natých iónov v zásobnom (pôvodnom) roztoku CuSO_4

Úloha 4 Stanovenie mólového absorpčného koeficienta pre fotometrické stanovenie

- 4.1 Z roztoku kyseliny gallovej, ktorej presnú koncentráciu ste vypočítali v úlohe 2.1 pripravte zriedený roztok: Do odmernej banky s objemom 50 cm^3 odpipetujte 5 cm^3 roztoku kyseliny gallovej, doplňte po rysku a starostlivo zhomogenizujte. Vypočítajte hmotnostnú a molárnu koncentráciu roztoku. Zo zriedeného roztoku pripravte dva roztoky pre fotometrické stanovenie.
- 4.2 Prvý roztok pre fotometrickú analýzu pripravte: do odmernej banky s objemom 100 cm^3 odpipetujte 1 cm^3 zriedeného roztoku kyseliny gallovej.
- 4.3 Do odmernej banky pridajte 40 cm^3 destilovanej vody a 1 cm^3 zriedeného Folin-Ciocalteuovho činidla. Roztok premiešajte a nechajte päť minút stáť. Po piatich minútach pridajte do odmernej banky $1,5 \text{ cm}^3$ nasýteného roztoku uhličitanu sodného, doplňte po rysku a premiešajte. Po cca 10 minútach zmerajte absorbanciu pri 740 nm . Na meranie použite stále rovnakú kyvetu s presne známou hrúbkou blízku 1 cm a vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- 4.4 Druhý roztok pre fotometrické stanovenie pripravte zo zriedeného roztoku kyseliny gallovej odpipetovaním 4 cm^3 do odmernej banky s objemom 100 cm^3 . Postupom opísaným v bode 4.3 stanovte absorbanciu pre druhý roztok.
- 4.5 Vypočítajte skutočnú koncentráciu roztokov pripravených v úlohe 4.2 a 4.4.
- 4.6 Z vypočítaných a nameraných hodnôt vypočítajte molárny absorpčný koeficient.

Úloha 5 Fotometrická analýza čajového extraktu

- 5.1 Zo zásobného roztoku vzorky, ktorý ste pripravili v úlohe 1.6 pipetujte $1,0 \text{ cm}^3$ do odmernej banky s objemom 250 cm^3 .
- 5.2 Do odmernej banky pridajte 40 cm^3 destilovanej vody a 1 cm^3 zriedeného Folin-Ciocalteuovho činidla. Roztok premiešajte a nechajte päť minút stáť.
- 5.3 Po piatich minútach pridajte do odmernej banky $1,5 \text{ cm}^3$ nasýteného roztoku uhličitanu sodného, doplňte po rysku a premiešajte. Po cca 10 minútach zmerajte

absorbanciu pri 740 nm. Na meranie použite stále rovnakú kyvetu s presne známou hrúbkou blízkou 1 cm. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

5.4 Z nameranej hodnoty absorbancie vzorky vypočítaného molárneho absorpčného koeficienta vypočítajte:

- koncentráciu trieslovín v zriedenom extrakte,
- koncentráciu trieslovín v pôvodnom extrakte,
- hmotnosť a hmotnostný zlomok trieslovín v pôvodnej vzorke.

Úloha 6 Jodometrické stanovenie trieslovín

6.1 Do kadičky odpipetujte 50,0 cm³ čajového extraktu pripraveného v úlohe 1. Pridajte 50 cm³ demineralizovanej vody a 10 cm³ pôvodného roztoku síranu meďnatého, ktorý ste mali pripravený. Zmes zahrejte do varu, pretrepte a pridajte ďalších 10 cm³ roztoku síranu meďnatého.

6.2 Zmes nechajte ochladiť potom preneste kvantitatívne do 200 cm³ odmernej banky a po rysku.

6.3 Vzniknutú suspenziu prefiltrujte cez skladaný filter do čistej suchej kadičky s vhodným objemom. Z filtrátu odpipetujte 20,0 cm³ do jódovej banky, pridajte 100 cm³ demineralizovanej vody, 25 cm³ 50 % kyseliny octovej a 2 g KI. Banku uzavrite a nechajte v tme stáť 15 minút.

6.4 Uvoľnený jód titrujte roztokom tiosíranu sodného na škrobový indikátor do odfarbenia. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

6.5 Paralelne vykonajte slepý pokus podľa postupu: Do jódovej banky odpipetujte 20,0 cm³ roztoku síranu meďnatého a 80 cm³ demineralizovanej vody. Pridajte 25 cm³ 50 % kyseliny octovej a 2 g KI. Banku uzavrite a nechajte v tme stáť 15 minút. Uvoľnený jód titrujte roztokom tiosíranu sodného na škrobový indikátor do odfarbenia. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.

6.6 Vypočítajte obsah trieslovín v pipetovanom objeme a v celom extrakte. Obsah trieslovín v mg sa vypočíta z rozdielu látkových množstiev spotrebovaného tiosíranu sodného (na titráciu slepého pokusu a na titráciu vzorky), ktorý sa vynásobí empirickým faktorom.

Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty:

Empirický faktor pre výpočet obsahu trieslovín v čiernom čaji = 0,0721

$$M(\text{KIO}_3) = 214 \text{ g mol}^{-1}$$

$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,7 \text{ g mol}^{-1}$$

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

$$M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 248,184 \text{ g mol}^{-1}$$

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