

**SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY**

---

# **CHEMICKÁ OLYMPIÁDA**

**57. ročník, školský rok 2020/2021**

**Kategória EF**

**Domáce kolo**

**ÚLOHY Z PRAXE**

## ÚLOHY Z PRAXE

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

### Domáce kolo

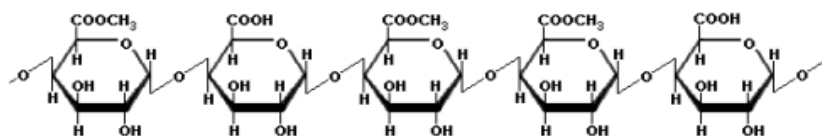
**Ing. Martina Gánovská**

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov

Doba riešenia: bez časového obmedzenia

### Úvod

Pektíny (E 440) sú kyslé polysacharidy, nachádzajúce sa v medzibunkových priestoroch pletív mladých rastlín, v bunkovej stene a vakuolách. Najviac pektínov obsahujú dužinaté plody napr. jablká a citrusy. Po chemickej stránke sú to deriváty kyseliny  $\alpha$ -D-galakturónovej, ktorá je viazaná 1-4 glykozidickou väzbou.



Čiastočne esterifikovaný polymérny reťazec kyseliny  $\alpha$ -D-galakturónovej

Kyselina polygalakturónová býva čiastočne esterifikovaná metanolom, alebo je prítomná vo forme vápenatej soli. Stupeň esterifikácie je daný pomerom esterifikovaných karboxylových skupín k celkovým karboxylovým skupinám. Tento pomer má významný vplyv na vlastnosti pektínu, najmä na rozpustnosť a schopnosť vytvárať rôsoly. Proces gélovatenia pektínov závisí hlavne od molekulovej hmotnosti, stupňa esterifikácie, pH, prítomnosti  $\text{Ca}^{2+}$  a cukrov. To, že sú pektíny rozpustné vo vode, ale nerozpustné v organických rozpúšťadlách sa využíva pri ich priemyselnej výrobe. Pektín sa zráža z vodného roztoku organickými rozpúšťadlami (etanol, metanol, izopropylalkohol). Ako suroviny sa používajú : kôra z citrusových plodov, jablká, ríbezle, repné odrezky, maliny, mrkva. Na suroviny sa pôsobí zriedenou kyselinou chlorovodíkovou pri 70-90°C. Pektín sa potom vyzráža alkoholom, resp. hlinitými alebo vápenatými soľami, oddelí sa a vysuší.

Pektínové látky sa využívajú v potravinárstve na prípravu džemov a marmelád. V potravinách sa označuje ako E440(i), alebo amidovaný pektín E440(ii). Vo farmaceutickom priemysle sa využíva ako nosič, reguluje vstrebávanie účinných látok, ako sú kyselina askorbová, penicilín alebo inzulín.

Na stanovenie pektínových látok a stupňa esterifikácie je možné použiť viaceré metódy. Najčastejšie používaná metóda je alkalimetrická, ktorá vychádza zo skutočnosti, že kyselina polygalakturonová je natoľko silná, že ju môžeme stanoviť odmerným roztokom hydroxidu sodného. Okrem neutralizačnej metódy sa používa gravimetria - zrážanie  $\text{Ca}^{2+}$  iónmi. Z inštrumentálnych metód je možné použiť fotometriu. Pred samotným stanovením je potrebné pripraviť vzorku pektínu premývaním v okyslenom etanole a pri rozpúšťaní je potrebné dodržať predpísaný postup.

#### **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

Sabolová, D: Návod na praktické cvičenia z biotechnológie, Košice 2012

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>

#### **Úlohou študijného kola je:**

- izolácia pektínových látok zo vzorky komerčného prípravku,
- stanovenie pektínových látok a stupňa esterifikácie alkalimetricky,
- stanovenie voľnej kyseliny galakturónovej v pektíne pH – metrickou titráciou,
- gravimetrické stanovenie pektínu ako pektínanu vápenatého,

- **určenie nezreagovaného látkového množstva vápenatých katiónov vo filtráte pri gravimetrickom stanovení.**

Stanovenie pektínových látok a stupňa esterifikácie alkalimetricky (úloha č.4) spočíva v tom, že ako prvá sa stanoví voľná kyselina polygalakturónová odmerným roztokom hydroxidu sodného. Následne sa k tomu istému podielu vzorky po titrácii pridá hydroxid sodný, ktorý deesterifikuje viazanú kyselinu polygalakturónovú. Množstvo spotrebovaného hydroxidu na deesterifikáciu sa stanoví z rozdielu kyselinou sírovou.

Okrem odmerného stanovenia sa môžu pektíny stanoviť aj gravimetricky. Gravimetrické stanovenie pektínu využíva reakciu katiónov kovov s pektínom, pričom vzniká rôsolovitá zrazenina. Postup v gravimetrii je štandardizovaný na použitie vápenatých katiónov. Nezreagované množstvo vápenatých katiónov po zrážaní je možné stanoviť vo filtráte komplexometricky.

Máte k dispozícii nasledujúce tuhé látky a pripravené nasledujúce roztoky:

- tuhý pektín - komerčný prípravok,
- tuhý uhličitan sodný na prípravu štandardného roztoku,
- odmerný roztok chelátónu 3 o približnej koncentrácii,
- odmerný roztok kyseliny sírovej s približnou koncentraciou  $0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ ,
- roztok 96% etanolu,
- roztok 60% etanolu,
- kyslý etanol (100 objemových dielov 60% etanolu a 5 objemových dielov koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej),
- roztoky indikátorov,
- murexid,
- roztok NaOH ( $w = 0,4$ ),
- tuhý uhličitan vápenatý,
- roztok HCl  $c = 3 \text{ mol dm}^{-3}$ ,
- roztok kyseliny octovej ( $w = 0,2$ ),
- roztok NaOH s  $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ .

## Úloha 1      Úprava vzorky

- 1.1 Do skleneného filtračného téglika (S 3) navážte na dvojmiestnych váhach približne 2- 3 g vzorky komerčne dostupného pektínu používaného v potravinárstve.
- 1.2 K naváženej vzorke pridajte 5 cm<sup>3</sup> 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 tégliku 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 roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť uhličitanu sodného potrebného na prípravu 100 cm<sup>3</sup> s  $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ . Vypočítanú hmotnosť odvážte na analytických váhach a roztok pripravte. Vypočítajte presnú koncentráciu štandardného roztoku.
- 2.2 Vypočítajte objem roztoku hydroxidu sodného ( $w = 0,4$ ) potrebný na prípravu 250 cm<sup>3</sup> odmerného roztoku s koncentráciou blízkou  $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok hydroxidu sodného o koncentrácii 0,1 mol dm<sup>-3</sup> pripravte riedením zásobného roztoku ( $w = 0,4$ ).
- 2.3 Vypočítajte objem kyseliny sírovej, ktorej koncentrácia je 2 mol dm<sup>-3</sup>, potrebný na prípravu 250 cm<sup>3</sup> odmerného roztoku s koncentráciou blízkou  $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok máte pripravený.
- 2.4 Vypočítajte hmotnosť chelátónu 3, potrebného na prípravu 250 cm<sup>3</sup> roztoku s  $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ . Roztok máte pripravený.
- 2.5 Pripravte roztok chloridu vápenatého podľa nasledujúceho postupu: s analytickou presnosťou odvážte približne 1 g CaCO<sub>3</sub> (štandardná látka). Návažok preneste do vhodnej kadičky. Pridajte 50 cm<sup>3</sup> demineralizovanej vody. Postupne pridávajte roztok HCl s koncentráciou blízkou  $c = 3 \text{ mol dm}^{-3}$ , až kým sa CaCO<sub>3</sub> úplne nerozpustí. Vznikajúci CO<sub>2</sub> odstráňte varom (5 min.).

Zo zmesi pripravte 100 cm<sup>3</sup> zásobného roztoku. Vypočítajte koncentráciu Ca<sup>2+</sup> v zásobnom roztoku.

### Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Do titračnej banky odpipetujte 20,00 cm<sup>3</sup> štandardného roztoku uhličitanu sodného o  $c = 0,1 \text{ mol. dm}^{-3}$ , ktorý ste si pripravili v úlohe 2.1, pridajte indikátor tashiro (metylčerveň + metylénová modrá) a titrujte odmerným roztokom kyseliny sírovej až do zmeny farby (zelená – ružovofialová). Následne roztok opatrne zahrejte do varu, čím ho zbavíte CO<sub>2</sub>, ak sa roztok odfarbí, po ochladení znova titrujte do farebnej zmeny. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- 3.2 Do titračnej banky odpipetujte 20,00 cm<sup>3</sup> roztoku H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ktorého presnú koncentráciu ste stanovili v úlohe 3.1, pridajte indikátor metyloranž a titrujte odmerným roztokom NaOH, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.2. až do zmeny farby (červená – oranžová). Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku hydroxidu sodného.
- 3.3 Do odmernej banky s objemom 100 cm<sup>3</sup> odpipetujte 50,00 cm<sup>3</sup> roztoku pripraveného v úlohe 2.5, doplňte po rysku demineralizovanou vodou. Z takto pripraveného roztoku do titračnej banky odpipetujte 20,00 cm<sup>3</sup>, pomocou roztoku hydroxidu sodného s  $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$  upravte pH na 12, pridajte indikátor murexid a titrujte chelátom 3. Vykonajte potrebný počet stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku chelátu 3.

### Úloha 4 Stanovenie celkového množstva pektínu v naváženej vzorke a stupňa esterifikácie vizuálnou titráciou

- 4.1 Z pektínu pripraveného úpravou v úlohe 1 odvážte s analytickou presnosťou 0,2 g, preneste do kužeľovej banky pomocou 96% etanolu a pridajte 150 cm<sup>3</sup> horúcej demineralizovanej vody.
- 4.2 Titrujte roztokom NaOH (s koncentráciou zistenou v úlohe 3.2) na brómtymolovú modrú do farebnej zmeny (žltá – modrá).

- 4.3 Po dosiahnutí neutrálneho bodu pridajte  $25\text{ cm}^3$  NaOH na zmydelnenie metoxylových skupín, banku uzavrite, nechajte stáť pri laboratórnej teplote (max.  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 45 - 60 minút.
- 4.4 Následne po zmydelnení titrujte odmerným roztokom kyseliny sírovej, ktorej presnú koncentráciu ste zistili v úlohe 3.1. Urobte potrebné množstvo paralelných stanovení.
- 4.5. Vypočítajte celkové množstvo pektínu v komerčnom prípravku a stupeň esterifikácie.

#### **Úloha 5 Stanovenie voľných kyselín vo vzorke pektínu pH metrickou titráciou**

- 5.1 Zostrojte aparatúru na pH metrickú titráciu podľa návodu k pH metru, ktorý používate v škole a pH meter nastavte.
- 5.2 Do vyššej kadičky, navážte s analytickou presnosťou 0,2 g pektínu zo vzorky upravenej v úlohe 1 (návažok preneste do kadičky pomocou 96% etanolu), pridajte  $100\text{ cm}^3$  horúcej demineralizovanej vody, následne pridajte toľko demineralizovanej vody, aby bola elektróda (elektródy) prístroja ponorená do meraného roztoku podľa návodu. Kadičku umiestnite na magnetickú miešačku a nad vzorku upevníte byretu s odmerným roztokom hydroxidu sodného.
- 5.3 Do vzorky pridávajte za stáleho miešania presne známe podiely odmerného roztoku NaOH. Po každom prídavku a po ustálení prístroja odčítajte hodnotu pH. Údaje o objeme a pH zapíšte do tabuľky. Takýmto spôsobom pokračujte v titracii, kým nenameriate celú titračnú krivku. (prípadne do dvojnásobného objemu spotreby získanej v bode 4.2)
- 5.4 Určte ekvivalentný objem titrácie graficky a na základe ekvivalentného bodu vypočítajte hmotnosť voľných karboxylových kyselín. Výsledky porovnajte s vizuálnou titráciou.

**Úloha 6 Gravimetrické stanovenie pektínu ako pektínanu vápenatého, stanovenie nezreagovaného množstva vápenatých katiónov vo filtráte.**

- 6.1 Z pektínu pripraveného v úlohe 1 odvážte s analytickou presnosťou 0,1 g vzorky, preneste do kadičky pomocou 96% etanolu a pridajte 100 cm<sup>3</sup> horúcej demineralizovanej vody. Pridajte 10 cm<sup>3</sup> NaOH pripraveného v úlohe 2.2 a v prikrytej kadičke nechajte 1 hodinu stáť.
- 6.2 Prebytok hydroxidu sodného neutralizujte kyselinou octovou ( $w=0,2$ ) do pH 5,5. pH roztoku kontrolujte pH papierikom. Za stáleho miešania pridajte 10 cm<sup>3</sup> chloridu vápenatého pripraveného v úlohe 2.5 za vzniku rôsolovitej zrazeniny. Zrazeninu nechajte 15 minút stáť a následne prefiltrujte cez hladký filter. Filtrát zachytávajte priamo do odmernej banky (200 cm<sup>3</sup>). Filtračný koláč preneste na vopred odvážené hodinové sklíčko a nechajte voľne sušiť pri laboratórnej teplote cca 24 hodín. Zrazeninu po vysušení zvažte.
- 6.3 Pripravte si zásobný roztok filtrátu doplnením roztoku v banke demineralizovanou vodou.
- 6.4 Zo zásobného roztoku filtrátu odpipetujte 20,00 cm<sup>3</sup> do titračnej banky, upravte pH roztoku pridaním NaOH  $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$  na 12 a tuhý indikátor murexid. Titrujte do farebnej zmeny (ružová – fialová). Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení. Vypočítajte látkové množstvo vápenatých katiónov potrebné na vyzrážanie 0,1g pektínu.

**Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty mólových hmotností:**

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

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

**Mólové hmotnosti ďalších látok a ostatné potrebné údaje vyhľadajte v tabuľkách.**



**Odpoveďový hárok z PRAXE**

|                                     |                                                  |                     |
|-------------------------------------|--------------------------------------------------|---------------------|
| Škola:                              |                                                  |                     |
| Meno súťažiaceho:                   |                                                  |                     |
| Celkový počet<br>pridelených bodov: |                                                  | Podpis hodnotiteľa: |
| <b>Úloha<br/>1</b>                  | Navážená hmotnosť pektínu                        | $m(VZ)=$            |
| <b>Úloha<br/><br/>2.1</b>           | Výpočet hmotnosti uhličitanu sodného:            |                     |
|                                     | Použitá hmotnosť uhličitanu sodného              | $m(\check{S}T1)=$   |
|                                     | Výpočet presnej koncentrácie uhličitanu sodného: |                     |
| <b>Úloha<br/>2.2</b>                | Výpočet objemu zásobného roztoku NaOH:           |                     |
| <b>Úloha<br/>2.3</b>                | Výpočet objemu kyseliny sírovej:                 |                     |

|              |                                                                      |  |                  |  |
|--------------|----------------------------------------------------------------------|--|------------------|--|
| Úloha<br>2.4 | Výpočet hmotnosti chelatónu 3:                                       |  |                  |  |
| Úloha<br>2.5 | Navážená hmotnosť $\text{CaCO}_3$                                    |  | $m(\text{ŠT2})=$ |  |
|              | Výpočet presnej koncentrácie $\text{Ca}^{2+}$ v štandardnom roztoku: |  |                  |  |
| Úloha<br>3.1 | Spotreba odmerného roztoku $\text{H}_2\text{SO}_4$ :                 |  |                  |  |
|              |                                                                      |  |                  |  |
|              | Akceptovaná hodnota: $V(\text{ODM1})=$                               |  |                  |  |
|              | Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:               |  |                  |  |
|              |                                                                      |  |                  |  |
| Úloha<br>3.2 | Spotreba odmerného roztoku $\text{NaOH}$ :                           |  |                  |  |
|              |                                                                      |  |                  |  |
|              | Akceptovaná hodnota: $V(\text{ODM2})=$                               |  |                  |  |

|              |                                                               |  |  |  |
|--------------|---------------------------------------------------------------|--|--|--|
|              | Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:        |  |  |  |
|              |                                                               |  |  |  |
|              | Výpočet presnej koncentrácie roztoku NaOH:                    |  |  |  |
| Úloha<br>3.3 | Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3                        |  |  |  |
|              |                                                               |  |  |  |
|              | Akceptovaná hodnota: $V(ODM3)=$                               |  |  |  |
|              | Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:        |  |  |  |
|              |                                                               |  |  |  |
|              | Výpočet presnej koncentrácie zriedeného štandardného roztoku: |  |  |  |
| Úloha<br>4   | Výpočet presnej koncentrácie roztoku chelatónu 3:             |  |  |  |
|              | Zápis reakcie voľnej kyseliny galakturónovej s NaOH           |  |  |  |

Tabuľka nameraných hodnôt stanovenia pektínu:

|                                         |           |           |           |
|-----------------------------------------|-----------|-----------|-----------|
| Navážené množstvo pektínu               | $m(P1)=$  | $m(P2)=$  | $m(P3)=$  |
| Spotreba NaOH na voľné kyseliny         | $V(VK1)=$ | $V(VK2)=$ | $V(VK3)=$ |
| Spotreba $H_2SO_4$ na nezreagovaný NaOH | $V(KS1)=$ | $V(KS2)=$ | $V(KS3)=$ |

Výpočet látkového množstva NaOH spotrebovaného na voľné kyseliny

Výpočet hmotnosti neesterifikovaných jednotiek pektínu

Výpočet hmotnostného zlomku w neesterifikovaných jednotiek pektínu vo vzorke komerčného pektínu

Pridaný objem NaOH na deesterifikáciu

$V(DE)=$

|  |                                                                            |           |
|--|----------------------------------------------------------------------------|-----------|
|  | Výpočet látkového množstva NaOH pridaného na deesterifikáciu               |           |
|  | Výpočet látkového množstva NaOH stanoveného H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |           |
|  | Výpočet hmotnosti esterifikovaných jednotiek pektínu                       |           |
|  | Výpočet stupňa esterifikácie<br>$S = \frac{m(EP)}{m(EP) + m(NP)}$          |           |
|  | Navážené množstvo pektínu na pH-metrickú titráciu:                         | $m(VZ4)=$ |

|                                                        |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|--------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|--|--|--|--|-----------|--|--|--|--|
| Úloha<br>5                                             | Tabuľka nameraných hodnôt pH roztoku a V NaOH na titráciu voľných kyselín: |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | pH                                                                         |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | V                                                                          |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | pH                                                                         |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | V                                                                          |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
| Ekvivalentný objem:                                    |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
| Výpočet hmotnosti neesterifikovaných jednotiek pektínu |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
| Úloha<br>6.1                                           | Navážené množstvo pektínu na gravimetrické stanovenie:                     |  |  |  |  | $m(VZ5)=$ |  |  |  |  |
| Úloha<br>6.2                                           | Zápis reakcie kyseliny galakturónovej s chloridom vápenatým                |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | Navážené množstvo pektínanu vápenatého:                                    |  |  |  |  | $m(ZR)=$  |  |  |  |  |
| Úloha<br>6.3                                           | Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3                                     |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        |                                                                            |  |  |  |  |           |  |  |  |  |
|                                                        | Akceptovaná hodnota: $V(CH)$                                               |  |  |  |  |           |  |  |  |  |

|  |                                                                                   |
|--|-----------------------------------------------------------------------------------|
|  | Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:                            |
|  |                                                                                   |
|  | Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ vo filtráte                           |
|  | Výpočet látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$ pridaného na gravimetrické stanovenie |
|  | Výpočet zreagovaného látkového množstva $\text{Ca}^{2+}$                          |

---

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.Pavlína 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 2020