

SLOVENSKÁ KOMISIA CHEMICKEJ OLYMPIÁDY

CHEMICKÁ OLYMPIÁDA

57. ročník, školský rok 2020/2021

Kategória EF

Školské kolo

ÚLOHY Z PRAXE

ÚLOHY Z PRAXE

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

Školské kolo

Martina Gánovská

Maximálne 100 pomocných bodov = 50 bodov

Doba riešenia: 270 minút

Pektín je forma rozpustnej vlákniny, ktorá čerpá vodu z tráviaceho traktu a tvorí akýsi gél, ktorý pomáha spomaliť trávenie. Nachádza sa najmä v citrusových plodoch a jablkách. K vláknine, okrem pektínu patrí predovšetkým celulóza, hemicelulóza, lignín, chitín, gummy, slizy a ďalšie látky prítomné v rastlinách. Jednotlivé zložky vlákniny sú v rôznych zdrojoch zastúpené v rôznom pomere. Medzi benefity, ktoré konzumácia pektínu prináša, patrí zníženie hladiny cholesterolu v krvi. Pektín taktiež udržiava stabilnejšiu hladinu cukru v krvi a tým pôsobí ako prevencia a liečba cukrovky.

Úlohou školského kola je:

- **izolácia pektínových látok zo vzorky komerčného prípravku,**
- **stanovenie celkového pektínu a stupňa esterifikácie alkalimetricky,**
- **stanovenie vápenatých iónov, ktoré sú viazané na kyselinu polygalakturónovú vo výluhu zo šupiek pomaranča.**

Karboxylová skupina v stavebných jednotkách kyseliny polygalakturónovej býva voľná, esterifikovaná metanolom, alebo viazaná vo forme vápenatej soli.

Stanovenie pektínových látok a stupňa esterifikácie alkalimetricky (úloha č.4) spočíva v tom, že ako prvé sa stanovujú voľné karboxylové skupiny jednotiek kyseliny polygalakturónovej odmerným roztokom hydroxidu sodného. Potom sa známym látkovým množstvom hydroxidu sodného (v zneutralizovanom podiele vzorky) deesterifikujú metylestery. Látkové množstvo NaOH potrebného na deesterifikáciu sa stanoví z rozdielu pridaného a zostatkového množstva hydroxidu (zistí sa titráciou kyselinou chlorovodíkovou).

V úlohe č.5 je potrebné chelátometricky stanoviť práve vápenaté soli kyseliny galakturónovej vo výluhu z pomarančových šupiek (na analýzu sa použije pripravený modelový roztok).

Máte pripravené nasledujúce roztoky:

- roztok 60% etanolu,
- kyslý etanol (100 objemových dielov 60% etanolu a 5 objemových dielov koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej,
- 96% etanol,
- roztok kyseliny chlorovodíkovej $c = 1 \text{ mol.dm}^{-3}$,
- roztoky acidobázických indikátorov: zmesný indikátor (fenolová červená, krezolová zelená, bromtymolová modrá), metylčerveň, bromtymolová modrá,
- roztok NaOH($w = 0,4$),
- roztok $\text{CaCl}_2(w = 0,1)$,
- tuhá $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$,
- tuhý chelátón 3,
- tuhý heptahydrát síranu horečnatého,
- EČT,
- amoniakálny tlmivý roztok pre pH 10,
- roztok NaOH s $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$.

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 cm^3 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 voľné 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 roztokov

- 2.1 Vypočítajte hmotnosť dihydrátu kyseliny šťaveľovej potrebnej na prípravu 100 cm³ s $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. 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 cm³ odmerného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$. Vypočítaný objem odmerajte a roztok pripravte.
- 2.3 Vypočítajte objem kyseliny chlorovodíkovej s koncentráciou $c = 1 \text{ mol dm}^{-3}$ potrebný na prípravu 250 cm³ odmerného roztoku s koncentráciou blízkou $c = 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$. Roztok máte pripravený.
- 2.4 Vypočítajte hmotnosť chelatónu 3, potrebného na prípravu 250 cm³ roztoku s $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Vypočítanú hmotnosť odvážte a roztok pripravte.
- 2.5 Vypočítajte hmotnosť heptahydrátu síranu horečnatého potrebného na prípravu 100 cm³ s $c = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Vypočítanú hmotnosť odvážte na analytických váhach a roztok pripravte. Vypočítajte presnú koncentráciu štandardného roztoku.

Úloha 3 Určenie presnej koncentrácie roztokov

- 3.1 Do titračnej banky odpipetujte 20,00 cm³ štandardného roztoku dihydrátu kyseliny šťaveľovej, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.1 a titrujte odmerným roztokom hydroxidu sodného na indikátor metylčerven. Pred koncom titrácie pridajte 5 cm³ roztoku chloridu vápenatého ($w=0,1$), dotitrujte a zaznamenajte ekvivalentný objem titrácie. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu odmerného roztoku NaOH.
- 3.2 Do titračnej banky 20,00 cm³ roztoku NaOH, ktorého presnú koncentráciu ste stanovili v úlohe 3.1, pridajte indikátor (brómtymolová modrá) a titrujte odmerným roztokom HCl, ktorý ste si pripravili v úlohe 2.2. až do zmeny farby. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu HCl.
- 3.3 Do titračnej banky odpipetujte 20,00 cm³ štandardného roztoku heptahydrátu síranu horečnatého pripraveného v úlohe 2.4. Amoniakálnym tlmivým

roztokom upravte pH na 10, pridajte tuhý indikátor eriochromovú čerň T a titrujte roztokom chelatónu 3 do farebnej zmeny (vínovočervená– modrá). Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení a vypočítajte presnú koncentráciu chelatónu 3.

Úloha 4 Stanovenie celkového množstva pektínu a stupňa esterifikáciealkalimetry

- 4.1 Z pektínu pripraveného úpravou v úlohe 1 odvážte z analytickou presnosťou 0,1 g, preneste do kužeľovej banky pomocou 96% etanolu a pridajte 100 cm³ horúcej demineralizovanej vody. Pridajte zmesný indikátor a titrujte roztokom NaOH s presne zistenou koncentráciou (farebná zmena - zo žltá do fialová). Takto stanovíte voľné kyseliny v pektíne.
- 4.2 Po dosiahnutí neutrálneho bodu pridajte k tomu istému podielu vzorky v kužeľovej banke 20,00 cm³ odmerného roztoku NaOH na zmydlenie metoxylových skupín, premiešajte, banku uzavrite, nechajte stáť pri laboratórnej teplote 60 minút.
- 4.3 Následne po 60 minútach pridajte 20,00 cm³ roztoku kyseliny chlorovodíkovej s presne zistenou koncentráciou, premiešajte, nechajte 5 minút stáť a titrujte odmerným roztokom NaOH s presne zistenou koncentráciou.
- 4.4 Vypočítajte hmotnosť stavebných jednotiek kyseliny galakturónovej s voľnou karboxylovou skupinou, hmotnosť stavebných jednotiek kyseliny s esterifikovanou karboxylovou skupinou a stupeň esterifikácie.

Úloha 5 Stanovenie vápenatých iónov v modelovom roztoku

- 5.1 Modelový roztok, ktorý máte k dispozícii sa pripravil nasledujúcim postupom: 100 g vysušených pomarančových šupiek sa rozomlelo a pektín sa extrahoval pomocou zriedenej kyseliny chlorovodíkovej pri 80 °C, pridal sa izopropylalkohol na vyvrážanie pektínu, následne sa zrazenina oddelila a vysušila. Hmotnosť pripraveného pektínu bola 27g, ten sa rozpustil a preniesol kvantitatívne do označenej odmernej banky s objemom 100 cm³. Doplňte odmernú banku po značku demineralizovanou vodou a zhomogenizujte.

- 5.2 Z takto pripraveného zásobného roztoku vzorky odpipetujte 20,00 cm³ do titračnej banky, upravte pH roztoku pridaním NaOH $c = 2 \text{ mol dm}^{-3}$ na 12 a tuhý indikátor murexid. Titrujte do farebnej zmeny. Vykonajte potrebný počet paralelných stanovení.
- 5.3 Vypočítajte hmotnosť vápnika viazaného v pektíne izolovanom zo vzorky pomarančových šupiek. Výsledok vyjadrite v mg Ca/kg šupiek.

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 odpovedového hárka.

Pri výpočtoch použite nasledujúce hodnoty mólových hmotností:

$$M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = 126,07 \text{ g mol}^{-1}$$

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

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

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

$$M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 246,48 \text{ g mol}^{-1}$$

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

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

$$M(\text{Ca}) = 40,08 \text{ g mol}^{-1}$$

Odpoveďový hárok z analytickej PRAXE

Škola:		
Meno súťažiaceho:		
Celkový počet pridelených bodov:		Podpis hodnotiteľa:
Úloha 1	Navážená hmotnosť pektínu	$m(VZ)=$
Úloha 2.1	Výpočet hmotnosti dihydrátu kyseliny šťaveľovej:	
	Použitá hmotnosť dihydrátu kyseliny šťaveľovej:	$m(\check{S}T1)=$
Úloha 2.2	Výpočet objemu zásobného roztoku NaOH:	
Úloha 2.3	Výpočet objemu kyseliny chlorovodíkovej:	
Úloha 2.4	Výpočet hmotnosti chelatónu 3	

	Použitá hmotnosť chelatónu 3	$m(CH3)=$	
Úloha 2.5	Výpočet hmotnosti $MgSO_4 \cdot 7H_2O$		
	Použitá hmotnosť heptahydrátu síranu horečnatého	$m(\check{S}T2)=$	
	Výpočet presnej koncentrácie heptahydrátu síranu horečnatého:		
Úloha 3.1	Spotreba odmerného roztoku NaOH:		
	Akceptovaná hodnota: $V(ODM1)$		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:		
	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku NaOH:		
Úloha 3.2	Spotreba odmerného roztoku HCl:		
	Akceptovaná hodnota: $V(ODM2)$		
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:		

	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku HCl:			
Úloha 3.3	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3			
	Akceptovaná hodnota: $V(ODM3)$			
	Zápis chemickej reakcie, ktorá prebehla pri stanovení:			
	Výpočet presnej koncentrácie odmerného roztoku chelatónu 3:			
Úloha 4	Zápis reakcie voľnej kyseliny galakturónovej s NaOH			
	Tabuľka nameraných hodnôt stanovenia pektínu:			
	Navážené množstvo vzorky komerčného pektínu	$m(VZ1)=$	$m(VZ2)=$	$m(VZ3)=$
	Spotreba NaOH na voľné kyseliny	$V(VK1)=$	$V(VK2)=$	$V(VK3)=$
	Pridaný objem HCl	$V(KS1)=$	$V(KS2)=$	$V(KS3)=$
	Spotreba NaOH na spätnú titráciu	$V(SP1)=$	$V(SP2)=$	$V(SP3)=$

	Výpočet látkového množstva karboxylových skupín v pektínovom reťazci	
	Výpočet hmotnosti neesterifikovaných jednotiek pektínu	
	Výpočet w neesterifikovaných jednotiek pektínu vo vzorke komerčného pektínu	
	Výpočet priemerného hmotnostného zlomku neesterifikovaných jednotiek pektínu vo vzorke komerčného pektínu	
	Rovnice stanovenia	
	Rovnica deesterifikácie	
	Pridaný objem NaOH na deesterifikáciu podľa postupu	V (DE) =
	Výpočet látkového množstva NaOH pridaného na deesterifikáciu	
	Výpočet látkového množstva esterifikovaných jednotiek pektínu vo vzorke	

Úloha 5.2	Výpočet hmotnosti esterifikovaných jednotiek pektínu			
	Výpočet stupňa esterifikácie $S = \frac{m(EP)}{m(EP) + m(NP)}$			
	Výpočet priemerného stupňa esterifikácie vo vzorke komerčného pektínu:			
	Spotreba odmerného roztoku chelatónu 3			
	Akceptovaná hodnota V(CH3)			
	Výpočet hmotnosti vápnika v mg Ca/kg šupiek:			

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.Pavína Gregorová., Ing. Martina Gánovská,
Ing.Elena Kulichová,

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

Slovenská komisia Chemickej olympiády

Vydal: IUVENTA – Slovenský inštitút mládeže, Bratislava 2021