



**57. ročník #coronaedition**

2020/2021

**DOMÁCÍ KOLO**

**Kategorie A/E**

---

**Praktická část – Zadání**

A 20 / E 40 bodů



## PRAKTICKÁ ČÁST

**A 20 / E 40 BODŮ****Garanti****Ing. Petra Méňová, Ph.D.***Ústav organické chemie, Ústav učitelství a humanitních věd, VŠCHT Praha***Mgr. Radek Matuška***Střední průmyslová škola chemická, Brno***Autorský a recenzní tým****Ing. Petra Méňová, Ph.D.***Ústav organické chemie, Ústav učitelství a humanitních věd, VŠCHT Praha***Mgr. Radek Matuška***Střední průmyslová škola chemická, Brno***Ing. Lukáš Tomaník***Ústav fyzikální chemie, VŠCHT Praha*

Milí studenti,

chemie je věda experimentální, a tak jsme vás nemohli ochudit o praktickou část. Pokud se doma alespoň občas otočíte v kuchyni (a nemyslíme tím pouze cestu do ledničky a zpátky), určitě jste si všimli, že chemie a vaření mají hodně společného. V domácím kole proto vytáhneme nože, struhadla a skleničky a pustíme se do stanovení obsahu vitamínu C v ovoci a zelenině. Dále se podíváme, i když jen na teoretické úrovni, na kvalitativní důkazy iontů v roztocích. Ve vyšších kolech bude praktická část pouze v elektronické podobě. Zůstaneme věrní jodometrii i iontům, jen s tím rozdílem, že reakce za vás provedeme my, autoři. Předáme vám své výsledky a na vás bude provést odpovídající výpočty a identifikovat neznámé látky.

Při přípravě se seznámte s principem titrací, s pojmy přímá, nepřímá a zpětná titrace a s jejich využitím v jodometrii. Měli byste vědět, jaké standardní látky, titrační činidla a indikátory se v jodometrii používají. Samozřejmostí je zvládnutí stechiometrických výpočtů z chemických rovnic.

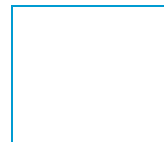
Dále se zaměřte na kvalitativní analýzu (anorganických) kationtů i aniontů pomocí chemických metod. V rámci své přípravy věnujte pozornost charakteristickým vzájemným reakcím. Ačkoliv se vyplatí znát základní postupy systematické analýzy (dělení aniontů do tří a kationtů do pěti tříd), v úlohách častěji využijete přímo znalosti konkrétních význačných reakcí mezi jednotlivými ionty. Úlohy obsahují zejména běžnější ionty, není tedy nutné se učit žádné obskurnější případy.

Doplňkové úlohy kategorie E se budou převážně zabývat praktickými (ale s nimi i souvisejícími teoretickými) dovednostmi při vyhodnocování analýz provedených plynovou chromatografií (GC). Měli byste se zaměřit zejména na následující témata:

- základní parametry GC: retenční čas, intenzita signálu, plocha píku,
- typy kolon a jejich použití v plynové chromatografii pro dělení různých látek,
- praktické vyhodnocování chromatogramů (kalibrace, vnitřní standard apod.).

Inspirací pro šíři záběru studia vám může být školní kolo, kde se seznámíte se všemi potřebnými znalostmi a dovednostmi, které budete dále jen aplikovat na speciální případy analýz.

Přejeme vám hodně zdaru při řešení úloh a těšíme se spolu s vámi na návrat do laboratoří.



**Doporučená literatura:**

Jodometrie:

1. K. Záruba a kol.: Analytická chemie, 1. díl, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze 2016, str. 94–96, 122–125.
2. K. Volka a kol.: Analytická chemie II, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze 1995, str. 85, 144–148.
3. Z. Holzbecher, J. Churáček a kol.: Analytická chemie, SNTL/Alfa 1987, str. 118–121.
4. D. Vondrák, J. Vulterin: Analytická chemie, SNTL/Alfa 1985, str. 114–119, 141–142.

Kvalitativní analýza:

5. J. Honza, A. Mareček: Chemie pro čtyřletá gymnázia, 2. díl, Nakladatelství Olomouc 2005, str. 79–85, 93–101.
6. Z. Holzbecher a kol.: Analytická chemie, SNTL/Alfa 1968, str. 192–241.
7. J. Doležal a kol.: Analytická chemie pro pedagogické fakulty, Státní pedagogické nakladatelství 1966, str. 53–101.

Chromatografie (kategorie E):

8. P. Klouda: Moderní analytické metody, Nakladatelství Pavel Klouda 2003, str. 10–25 (kapitola 4 – Chromatografie).
9. D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch: Analytická chemie, VŠCHT 2019, str. 786–805, 809–829.

Pro všechna témata:

10. Důvěryhodné internetové zdroje (doporučujeme např. stránky univerzit).

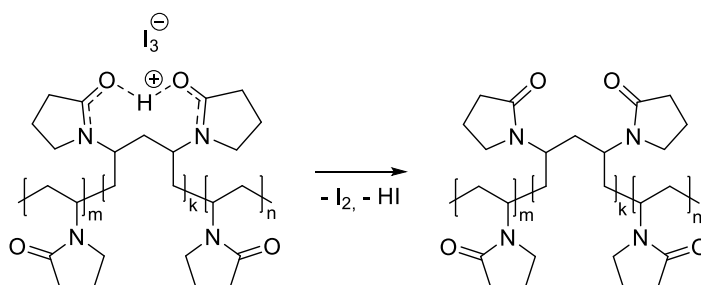


## Úloha 1 Stanovení vitamínu C v přírodním materiálu

24 bodů

Vitamin C (kyselina L-askorbová) funguje v organismu jako antioxidant. Tímto pojmem označujeme látku, která je schopna zabraňovat oxidaci jiných látek, a to tak, že sama sebe obětuje k oxidaci a látky, které by se jinak oxidovaly, zůstanou nezoxidované. V praxi se antioxidačních vlastností vitamínu C využívá např. v potravinářství, kde se přidává do potravin jako konzervant – zabraňuje oxidačnímu kažení potravin.

Ke stanovení obsahu vitamínu C se velmi často používá jodometrie. Jod je oxidační činidlo, které má schopnost oxidovat kyselinu L-askorbovou na kyselinu dehydroaskorbovou. Dezinfekce Betadine obsahuje tzv. jodovaný povidon. Jedná se o polyvinylpyrrolidon, který na některých svých místech obsahuje komplexně vázaný trijodidový anion. Tento komplex se pomalu rozkládá za uvolnění jodu, který má dezinfekční účinky.



Jako indikátor přítomnosti jodu v roztoku slouží roztok škrobu ve vodě, tzv. škrobový maz. Ten vytváří i se stopovým množstvím jodu intenzivně modré/fialové zbarvení.

### Pomůcky:

- kuchyňské váhy
- kuchyňská odměrka na kapaliny
- malé odměrky/injekční stříkačky 5 a 10 ml (zakoupíte v lékárně)
- kávová lžička
- polévková lžíce
- hrnec/rendlík
- nůž
- kuchyňské prkénko
- struhadlo
- miska nebo talíř na strouhání
- sítko/malý cedník
- gumová stěrka
- kapátko
- číré skleničky/plastové kelímky

### Materiál a činidla:

- dezinfekce Betadine v kapací lahvičce (koupíte v lékárně)
  - šumivé tablety s vitamínem C (koupíte v lékárně či supermarketu)
  - škrob (bramborový nebo kukuřičný)
  - vzorky ovoce a zeleniny (žlutá paprika, brambora, citrusové ovoce, kiwi, jablka...).
- Pozn.: nepoužívejte červenou papriku ani červenou řepu, jejich intenzivní barva ruší vlastní stanovení

**Pracovní postup a úkoly:****a) Příprava roztoku škrobového indikátoru**

- V malém rendlíku přiveďte k varu 100 ml vody.
  - Rozmíchejte 1 kávovou lžičku škrobu v 5 polévkových lžících studené vody.
  - Za stálého míchání vlijte připravenou suspenzi škrobu do vroucí vody a 3 minuty povařte.
  - Roztok nechte před použitím vychladnout na laboratorní teplotu.
1. Vysvětlete princip vzniku modrého zbarvení při interakci jodu se škrobovým mazem.
  2. Napište vyčíslenou rovnici reakce jodu s vitamínem C.

**b) Vzájemné reakce činidel**

- Proveďte reakci mezi kapkou jodové dezinfekce Betadine zředěné vodou a roztokem škrobu.
  - Proveďte reakci mezi malým množstvím roztoku vitamínu C a kapkou jodové dezinfekce Betadine.
  - Proveďte reakci mezi malým množstvím roztoku vitamínu C s trochou roztoku škrobu a jodovou dezinfekcí Betadine. Tu kapejte, dokud nedojde k výrazné změně.
3. Popište, co jste pozorovali při reakcích 1–3.

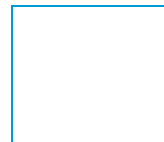
**c) Standardizace jodové dezinfekce Betadine**

4. Na základě reakcí 1–3 navrhněte, jak byste s pomůckami a činidly, která máte k dispozici, stanovili, kolika mg vitamínu C odpovídá 1 kapka jodové dezinfekce Betadine.
5. Proveďte navržený experiment a stanovte, kolika mg vitamínu C odpovídá 1 kapka jodové dezinfekce Betadine.

**d) Stanovení obsahu vitamínu C v ovoci a zelenině**

6. Na základě předchozích experimentů a pozorování navrhněte, jak byste stanovili obsah vitamínu C v ovoci a zelenině. Zohledněte pomůcky, které máte k dispozici.
7. Podle vámi navrženého postupu stanovte obsah vitamínu C ve třech druzích ovoce či zeleniny. Pro jedno stanovení odvažte 10 g. Zvolte vhodný počet opakování pro každý druh ovoce/zeleniny. Vypočítejte obsah vitamínu C v mg na 100 g jedlého podílu.
8. Porovnejte vámi stanovený obsah vitamínu C s průměrnými hodnotami obsahu vitamínu C v následující tabulce. Pokuste se vysvětlit, co mohlo způsobit rozdíly mezi vámi určenými hodnotami a hodnotami udávanými v tabulce.

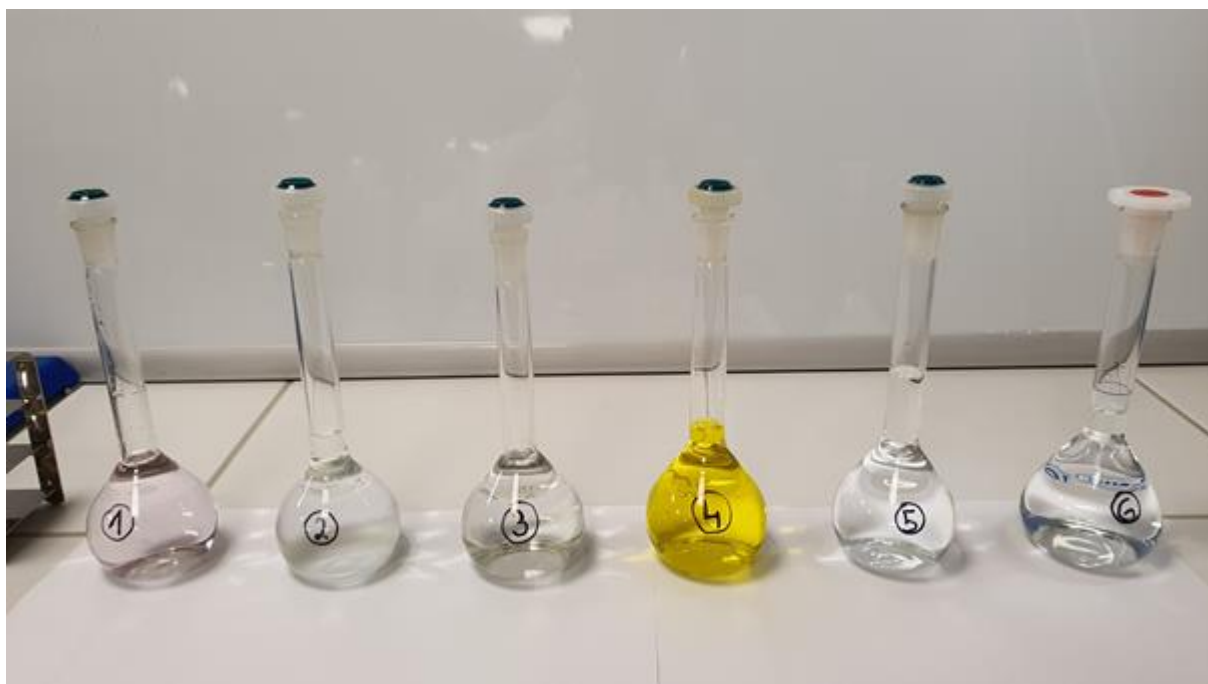
Ovoce/zelenina	Obsah vitamínu C (mg / 100 g plodiny)	Ovoce/zelenina	Obsah vitamínu C (mg / 100 g plodiny)
zelí bílé	39	pomeranč	51
zelí červené	51	meruňky	11
květák	69	kiwi	71
paprika červená	150	jahody	67
pórek	24	jablka	9
rajčata	25	grep	43
křen	120	citron	49
cibule	43	banány	11
brokolice	114	černý rybíz	166
okurka	10	červený rybíz	35
nať celeru	89	hrozný bílé	4
petržel	67	mandarinky	32
brambory	30	šípky	747

**Úloha 2      Nepopsané roztoky****12 bodů**

Byli jste přivolaní k průzkumu opuštěné budovy. V jedné z místností jste narazili na bednu se šesti lahvičkami obsahující neoznačené roztoky. Lahvičky jste si hned označili čísly 1–6 a přemýšleli jste, co asi obsahují. V bedně se dále povalovalo deset papírků s popisky chemikálií. Musí mezi nimi určitě být i popisky oněch šesti roztoků! Na papírcích bylo označeno těchto deset chemikálií:

NaOH, NaF,  $K_2CO_3$ ,  $K_2CrO_4$ ,  $AgNO_3$ ,  $MnSO_4$ ,  $FeCl_3$ , KBr, HCl,  $ZnCl_2$ .

Bohužel jste neměli s sebou k dispozici žádné další chemikálie, jenom pár prázdných zkumavek. Rozhodli jste se tedy identifikovat rozpuštěné látky jenom na základě vzájemných reakcí.



Roztoky 1–6



Roztok 1



Roztok 2



Roztok 3



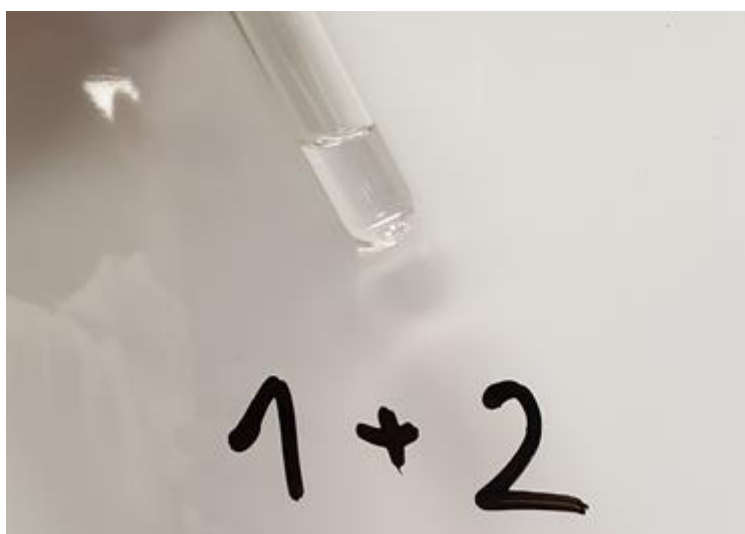
Roztok 4



Roztok 5

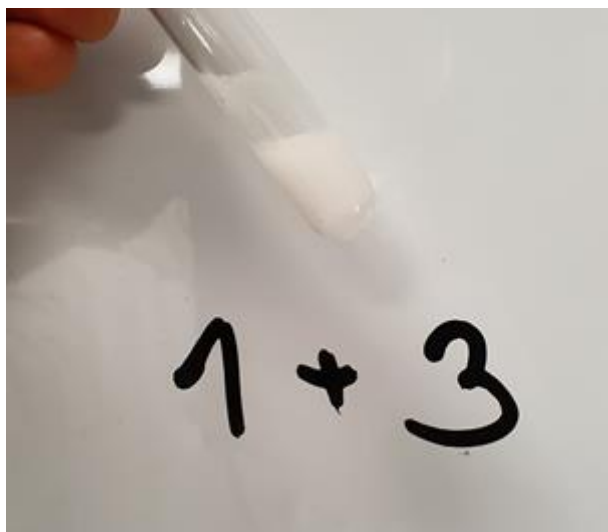


Roztok 6

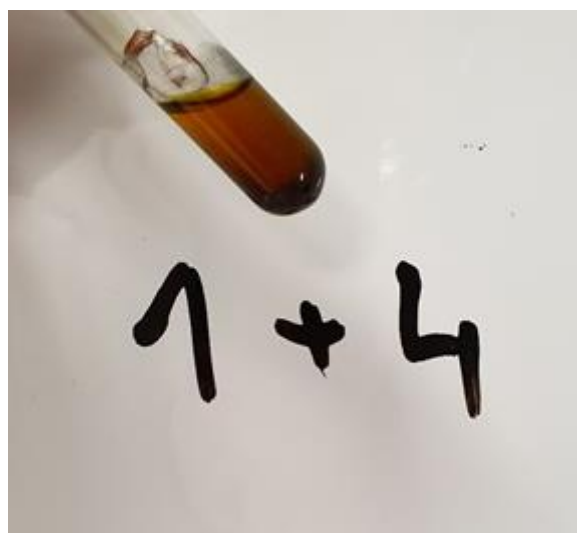
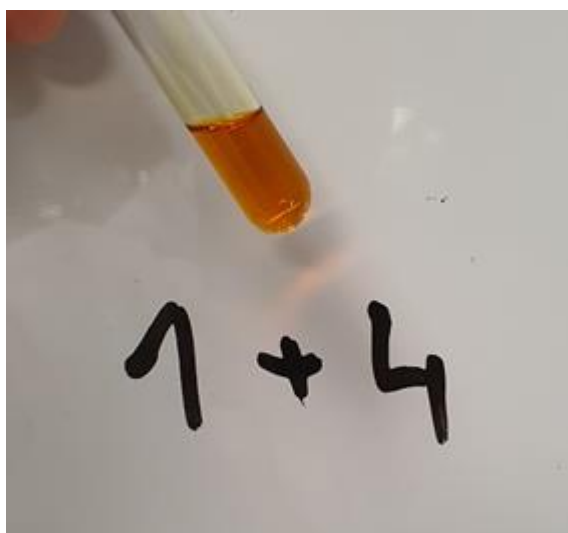


Reakce roztoků 1 a 2

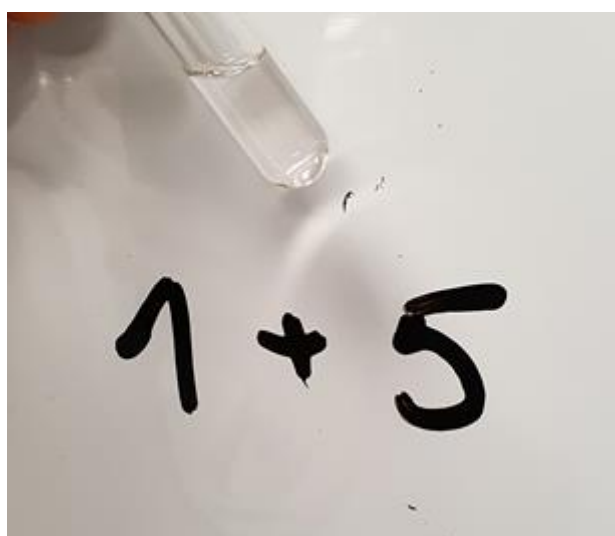




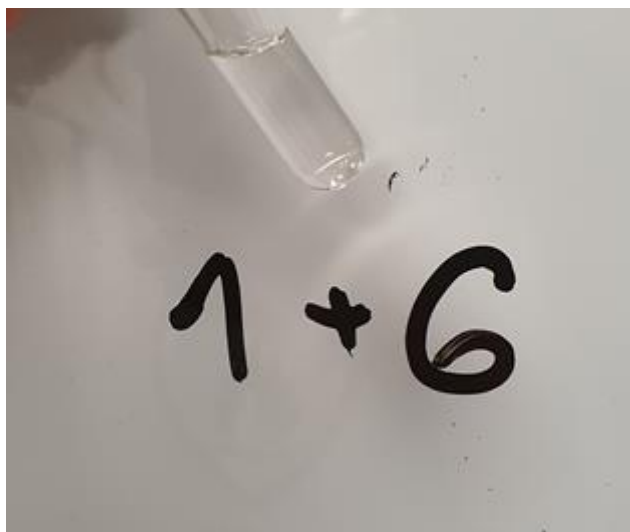
Reakce roztoků 1 a 3



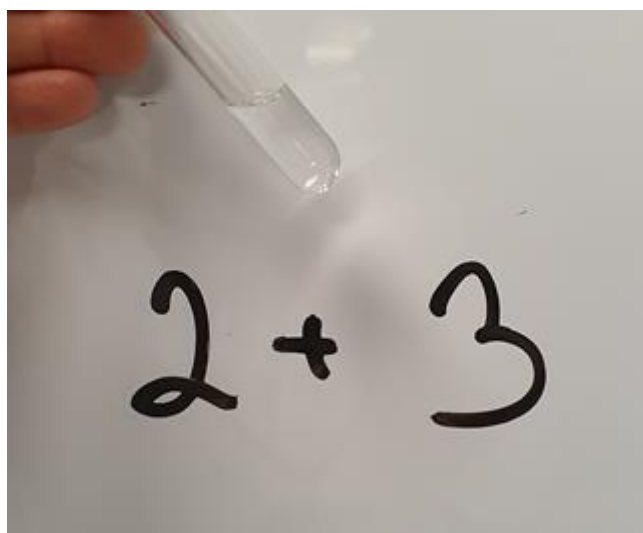
Reakce roztoků 1 a 4 (vlevo ihned po smíchání, vpravo po zahřátí)



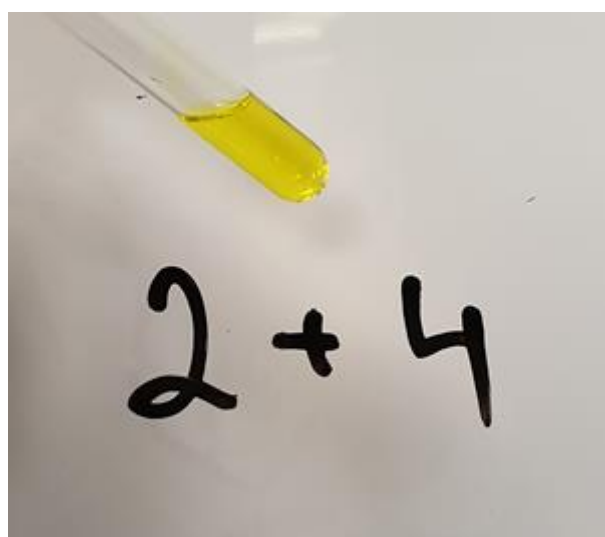
Reakce roztoků 1 a 5



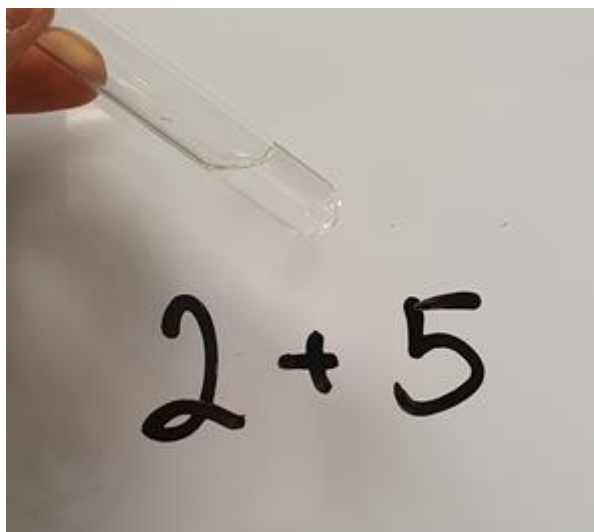
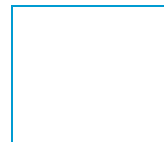
Reakce roztoků 1 a 6



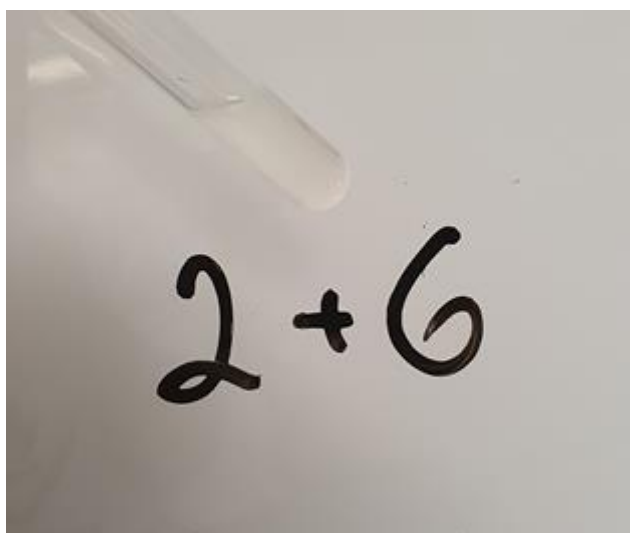
Reakce roztoků 2 a 3



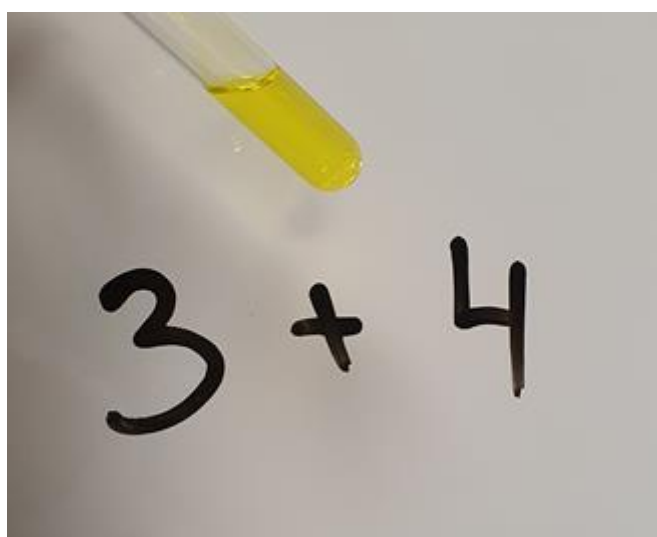
Reakce roztoků 2 a 4



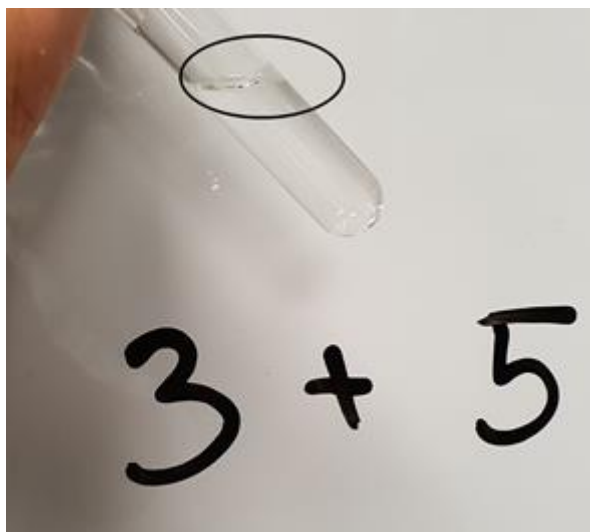
Reakce roztoků 2 a 5



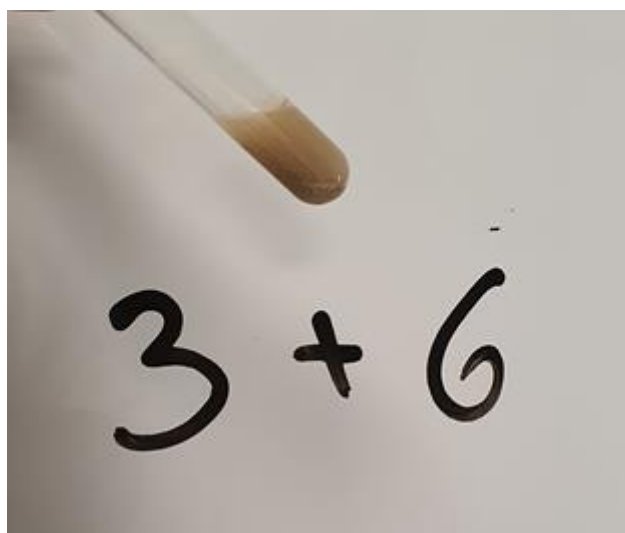
Reakce roztoků 2 a 6



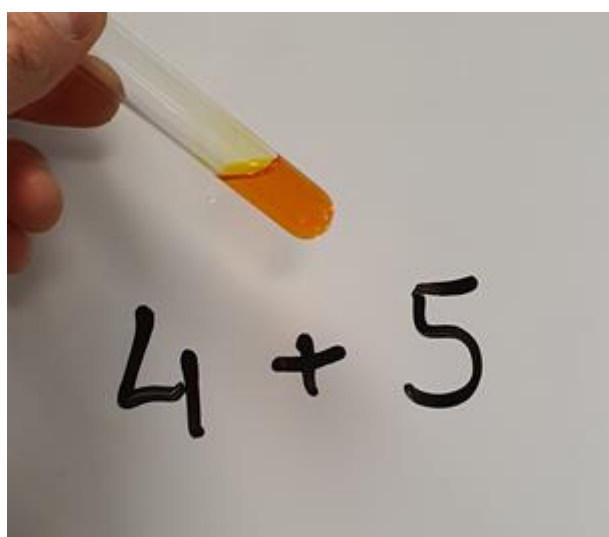
Reakce roztoků 3 a 4



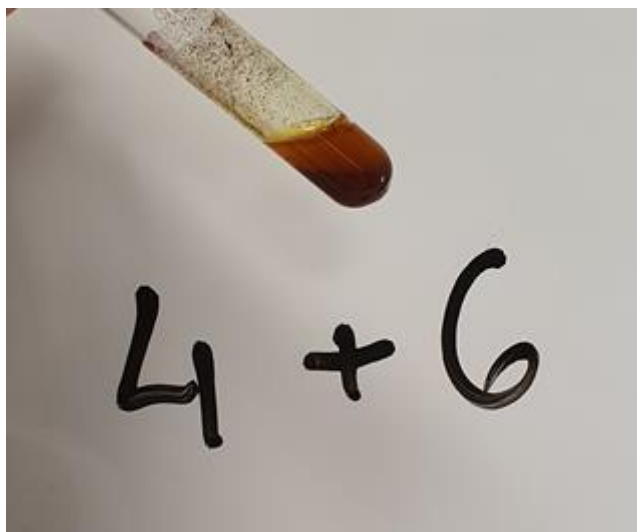
Reakce roztoků 3 a 5



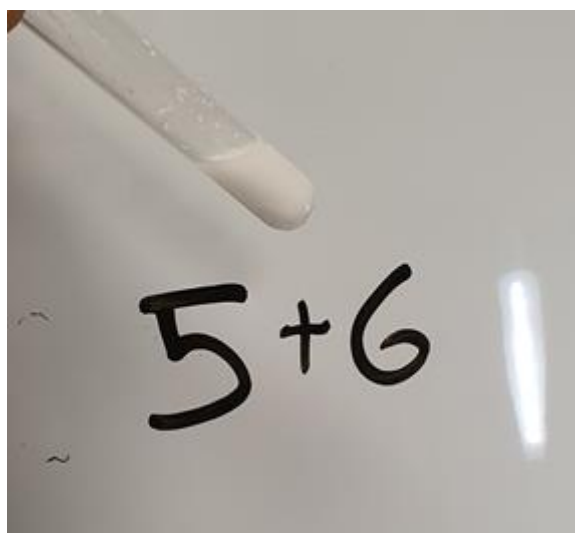
Reakce roztoků 3 a 6



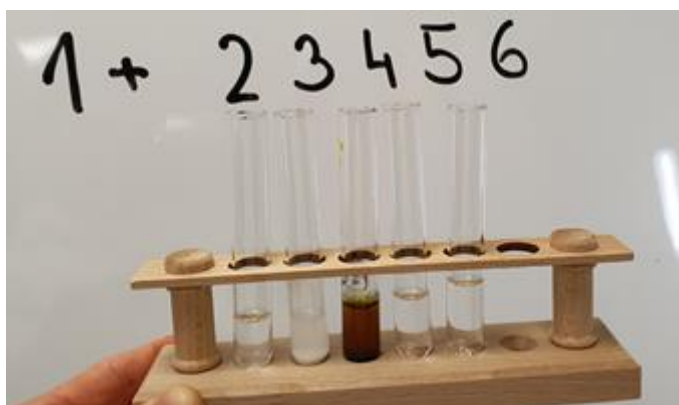
Reakce roztoků 4 a 5

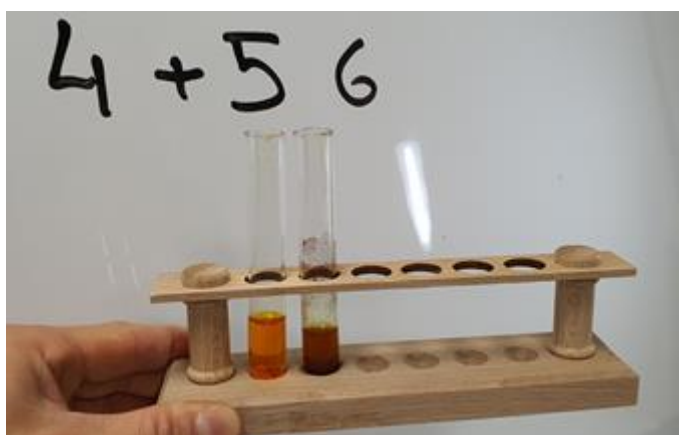
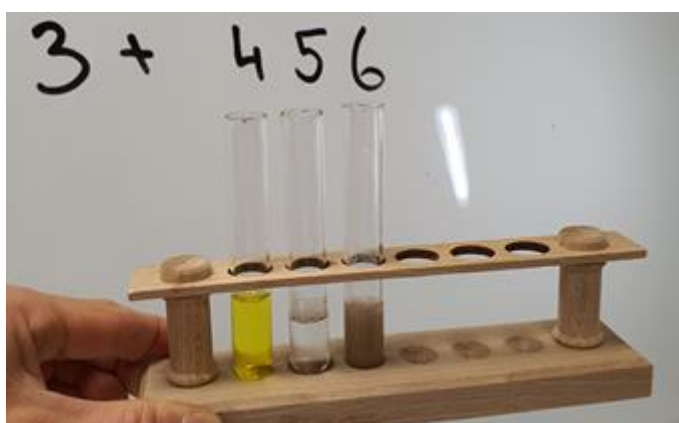
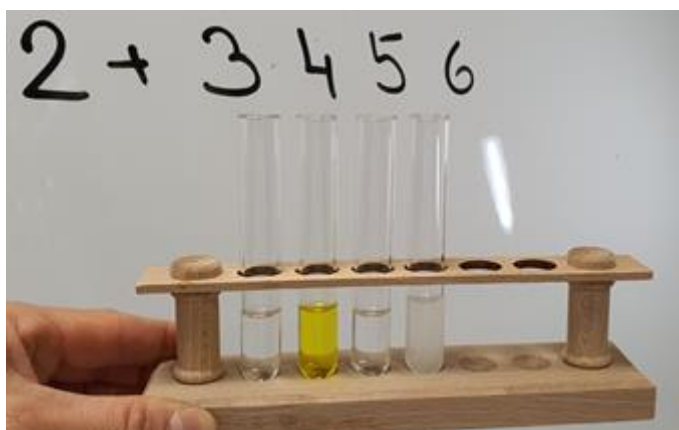


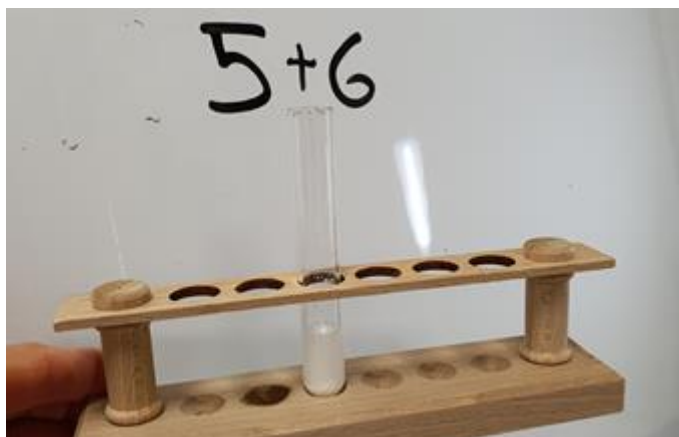
Reakce roztoků 4 a 6



Reakce roztoků 5 a 6







**Úkol:**

**Na základě výše uvedených obrázků a popisu určete, jaké látky jsou obsaženy v jednotlivých roztocích.**



### Úloha 3 (E) Plynová chromatografie

E 26 bodů

**Tato úloha je určena pouze pro soutěžící kategorie E.**

Plynová chromatografie provází prakticky každého chemika. Jedná se o velmi robustní techniku, která umožňuje stanovit vedle sebe, jak kvalitativně, tak kvantitativně, poměrně velké množství jednotlivých komponent i složitějších směsí.

Principem plynové chromatografie je vzájemná distribuce či afinita jednotlivých analytů ke stacionární a mobilní fázi. Stacionární fázi v plynové chromatografii bývá nejčastěji polymerní film, který vyplňuje kolonu, mobilní fázi pak inertní plyn, kterým se analyti nastříknutý na kolonu eluuje.

Díky velkému množství parametrů, které ovlivňují dělení látek v koloně, lze téměř vždy vyvinout vhodnou metodu ke stanovení látek v příslušné směsi. Jedná se zejména o následující parametry:

- náplň kolony,
- teplotní program,
- nosný plyn,
- typ detektoru.

Ve všech těchto parametrech a jejich vlivech na separaci by se měli experimentátoři/ky velmi dobře orientovat, a právě tato úloha se bude snažit vám základní vhléd do těchto parametrů zprostředkovat.

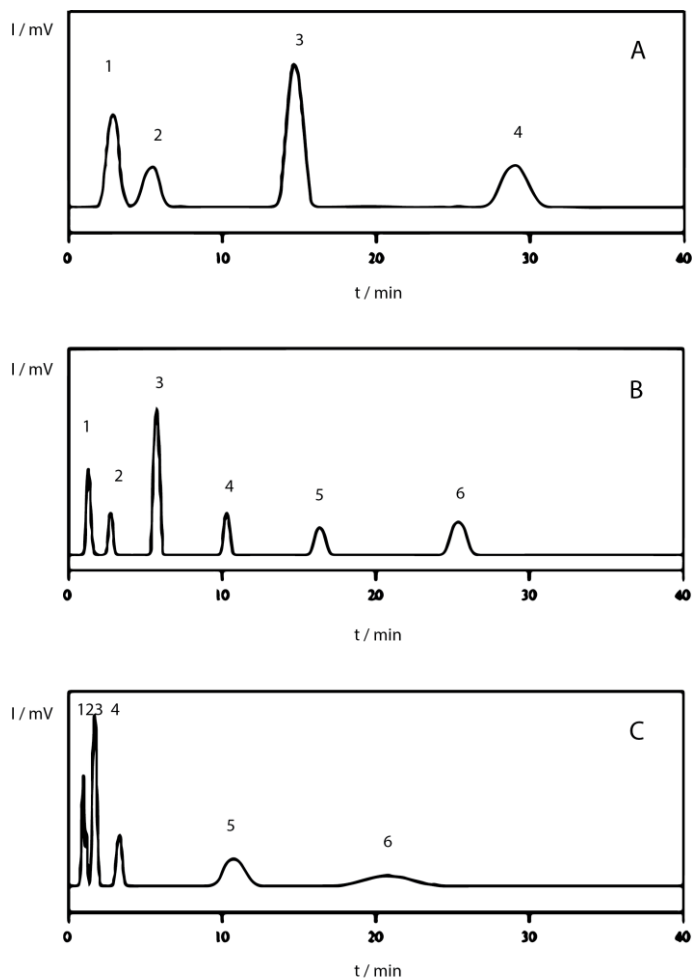
**1) V následující tabulce je uveden přehled náplní vybraných kolon. Zakreslete zjednodušeně struktury polymerů (případně naznačte případnou substituci methylů) těchto stacionárních fází včetně terminálních skupin, seřadte tyto náplně podle polaritý a určete, na které z nich byste nejlépe rozdělili**

- a) methanol a ethanol ve slivovici**  
**b) složky benzínu**

Náplň kolony	Obchodní název
polydimethylsiloxan	OV-1, SE-30
50% trifluorpropylpolydimethylsiloxan	OV-210
polyethylenglykol	Carbowax-20M
5% fenylpolydimethylsiloxan	OV-3, SE-52, DB-5
50% kyanopropylpolydimethylsiloxan	OV-275

**2) Teplotní program má velký vliv na samotné rozdělení látek. Na následujících chromatogramech je vidět rozdělení směsi 6 různých látek. Zvolte, který chromatogram znázorňuje optimální rozdělení směsi.**



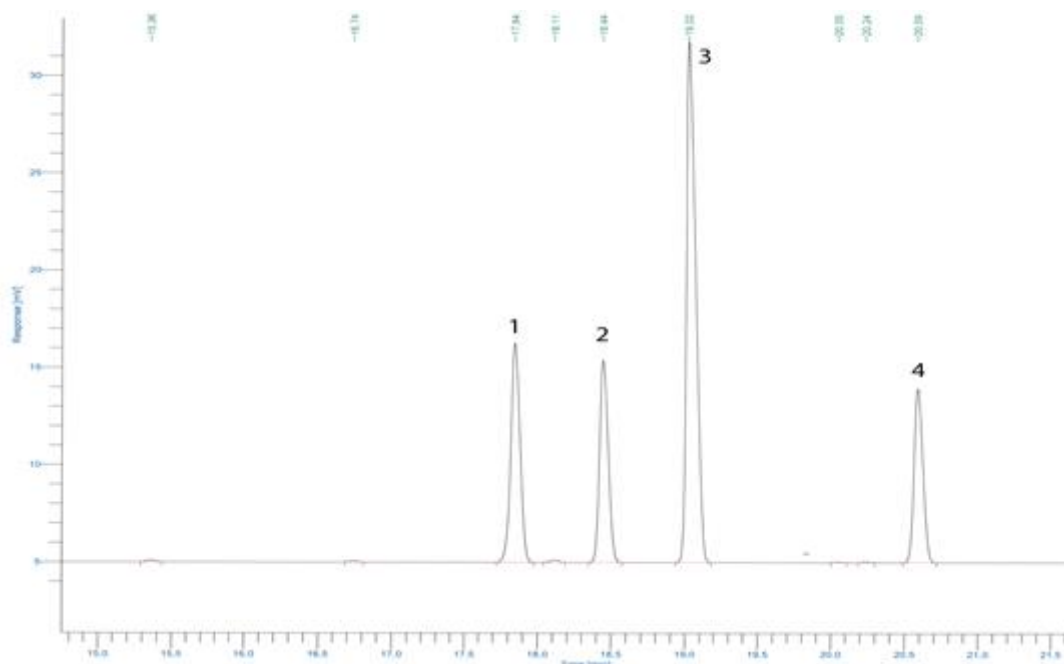


- 3) Výše uvedené chromatogramy byly získány za třech různých teplotních podmínek eluce. Přiřaďte tyto podmínky k jednotlivým chromatogramům.
- Isotermická eluce při teplotě 40 °C
  - Isotermická eluce při teplotě 180 °C
  - Gradientní eluce při teplotním programu od 40 °C do 180 °C

Aktivní chemik si chtěl před syntézou zkontrolovat čistotu hexanu, který měl ve skříni. Chemik tedy vzal láhev s hexanem a provedl nástřik 1  $\mu\text{l}$  rozpouštědla a provedl analýzu na GC-FID s následujícími podmínkami:

- kolona DB-5, 60 m
- teplota v injektoru 250 °C, split 50:1
- teplotní program 50 °C 5 min, 5 °C  $\text{min}^{-1}$  40 min, 250 °C 5 min

Po provedení analýzy se ale nestačil divit, protože se mu na chromatogramu objevilo hned několik píků.



Bližší analýzou etikety ale zjistil, že běžně prodávaný hexan je vlastně směs izomerů hexanu, konkrétně

- *n*-hexanu
- 2,2-dimethylbutanu (stopová množství)
- 2,3-dimethylbutanu (stopová množství)
- 2-methylpentanu
- 3-methylpentanu
- methylcyklopentanu

4) Určete, jaké píky označené na chromatogramu odpovídají jednotlivým izomerům (tedy, jaké píky jsou na chromatogramu viditelné a jaké je pořadí jejich eluce). Píky neoznačené číslem můžete ignorovat.

5) Mimochodem, co to vlastně znamená GC-FID?

Zjednodušený výstup chromatografu s plochami jednotlivých píků označených čísly je:

Pík #	Čas / min	Plocha / $\mu\text{V s}$	Výška / $\mu\text{V}$
	15,356	386,35	99,86
	16,743	220,55	59,81
1	17,844	48674,81	11264,00
	18,113	494,41	122,94
2	18,444	42291,89	10376,12
3	19,024	117602,17	26747,63
	20,052	103,71	31,11
	20,239	139,07	40,48
4	20,588	37434,11	8921,21
TOTAL		247347,07	

6) Vypočítejte zastoupení jednotlivých izomerů ve směsi v mol. %.