



61. ročník

2024/2025

ŠKOLNÍ KOLO

Kategorie E

Praktická část – Zadání

40 bodů



PRAKTICKÁ ČÁST

40 BODŮ**Autoři****Mgr. Radek Matuška**

Střední průmyslová škola chemická a gymnázium Brno, Vranovská, p. o.

Mgr. Eva Vrzáčková

Masarykova střední škola chemická, Praha

Odborná recenze**RNDr. Erik Kalla***Střední průmyslová škola chemická a gymnázium Brno, Vranovská, p. o.
Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, Brno***Matěj Osička**

Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, Brno

Zuzana Schmidtová

Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, Brno

Pedagogická recenze**RNDr. Erik Kalla***Střední průmyslová škola chemická a gymnázium Brno, Vranovská, p. o.
Ústav chemie, Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita, Brno*

Milé soutěžící, milí soutěžící,

praktická část 61. ročníku Chemické olympiády kategorie E se bude zabývat syntézou, extrakcí, modifikací a analýzou potravinových aditiv. Tzn. „éčka“ nás provází prakticky denně při každém nákupu potravin a jsou nedílnou součástí potravinářského průmyslu. Zcela nevědomky je používáme i doma při zavařování marmelád, sterilizaci zeleniny či při přípravě domácích uzenin.

Potravinová aditiva tvoří velmi širokou paletu látek přírodního či syntetického charakteru od barviv, přes konzervanty, protihrudkující látky, aroma, stabilizátory, emulgátory, regulátory kyselosti či antioxidanty. My se v rámci letošní praktické části zaměříme právě na výše uvedené, a to jak analýzu komerčních aditiv, tak jejich stanovení v potravinách. Nebude chybět ani chemická syntéza, která povede právě na potravinová aditiva či jejich úpravu.

Z hlediska praktického konání v laboratoři byste měli při přípravě věnovat zvýšenou pozornost následujícím aspektům základní laboratorní techniky:

- Správná laboratorní technika provádění běžných operací (vážení, měření objemů, zahřívání, filtrace, destilace, příprava a ředění vzorků, sušení, extrakce na mezifázi v dělicí nálevce apod.).
- Běžné laboratorní výpočty (ředění roztoků, výtěžky reakcí, vyhodnocení titrací a další stechiometrické výpočty).
- Techniky přípravy a charakterizace produktů (stanovení bodu tání a chromatografii na tenké vrstvě).
- Správné techniky provedení titrací s vizuálním i instrumentálním způsobem indikace bodu ekvivalence (u instrumentálního se zaměřte zejména na elektrochemické způsoby indikace bodu ekvivalence se zvláštním důrazem na konduktometrické a potenciometrické, resp. pH-indikace).
- Laboratorní technika práce vyžadující nízké či vysoké teploty reagentů.
- Laboratorní technika práce s malými objemy reagentů a s vysoce dráždivými reagenty (tj. např. práce s injekčními stříkačkami pro dávkování reagentů apod.).

Ze specifických tematických celků doporučujeme prostudovat zejména následující kapitoly:

- Syntetická i analytická chemie zahrnující vybraná potravinová aditiva, zejm. konzervanty, barviva, aroma, stabilizátory, emulgátory, regulátory kyselosti a antioxidanty.
- Vybrané volumetrické metody stanovení látek s vizuální indikací bodu ekvivalence – zejména acidobazické a redoxní (zejm. jodometrické a cerimetrické) titrace.



- Pozornost věnujte i správnému provedení a vyhodnocení zpětných a nepřímých stanovení analytů s využitím výše popsaných volumetrických metod.
- Instrumentální metody stanovení potravinových aditiv zejména se zaměřením na potenciometrické vyhodnocení bodu ekvivalence (vyhodnocení pomocí sestavení 1. a 2. derivace titrační křivky).

Přejeme vám při řešení letošního ročníku Chemické olympiády hodně zdaru, příjemné chvíle strávené v laboratořích s podobně praštěnými lidmi a spoustu krásných zážitků.

Autoři a recenzenti

Doporučená literatura:

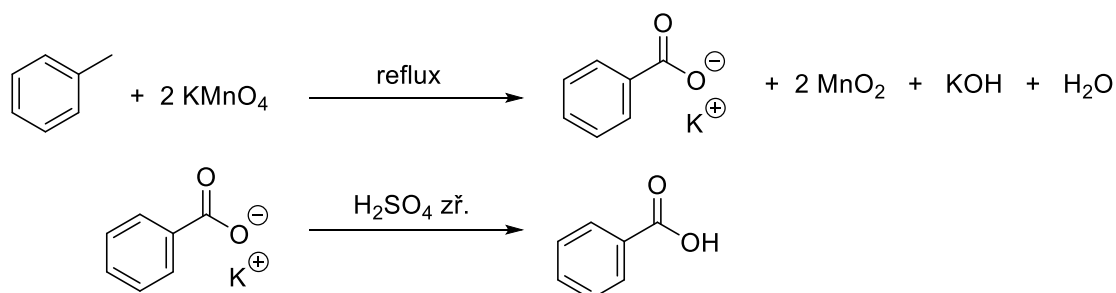
1. Příhoda J., Černík M., Janků S., Literák J.: Laboratorní technika. PřF MU, 2012. Zejména kapitoly týkající se základní laboratorní techniky. Dostupné online:
https://is.muni.cz/el/sci/jaro2012/C1100k/um/Laboratorni_tehnika-ucebni_text.pdf
2. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R.: Analytická chemie. VŠCHT Praha, 2019. Kapitoly 1, 2, 4, 13, 14, 15, 16, 18.4.1, 20 a 21.8.
3. Holzbecher Z. a kol.: Analytická chemie. SNTL/Alfa, 1974. Str. 299-311, 319-335.
4. Klouda P.: Moderní analytické metody. Nakl. Pavel Klouda, 2003. Str. 30-31, 56-58, 97-106, 120-125.
5. Bartoš M., Šrámková J.: Analytická chemie I. Univerzita Pardubice, 2004. Dostupné online:
<https://meloun.upce.cz/docs/analchem1/skripta.pdf>
6. Kapitoly v jiných středoškolských učebnicích, odpovídající tématům ročníku.
7. Vhodným pomocníkem při přípravě mohou být i některé důvěryhodné webové stránky (např. materiály z vysokých škol).



Úloha 1 Syntéza kyseliny benzoové

15 bodů

Kyselina benzoová (C_6H_5COOH , $PhCOOH$, $M = 122,12 \text{ g mol}^{-1}$) se průmyslově vyrábí oxidací toluenu kyslíkem za použití směšného katalyzátoru obsahujícího kobalt. V laboratorních podmínkách lze oxidaci toluenu ($C_6H_5CH_3$, $PhMe$, $M = 92,14 \text{ g mol}^{-1}$, $\rho = 0,867 \text{ g cm}^{-3}$) realizovat jednoduše na mezifázi vodné a organické fáze v bazickém prostředí vodným roztokem manganistanu draselného ($KMnO_4$, $M = 158,03 \text{ g mol}^{-1}$). Vzniklý benzoát draselný se na ve vodě nerozpustnou kyselinu převede jednoduchým okyselením:

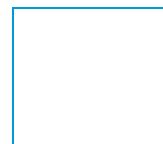


V této úloze provedete:

- Syntézu kyseliny benzoové oxidací toluenu manganistanem draselným na mezifázi dvou nemísitelných kapalin.
- Rekrystalizaci vzniklé kyseliny benzoové z vody.
- Identifikaci a charakterizaci kyseliny benzoové pomocí měření bodu tání a provedení TLC.

Pomůcky

- | | |
|---|--|
| • lihový fix a tužka | • papírové utěrky |
| • stříčka s destilovanou vodou | • laboratorní zvedáček |
| • magnetická míchačka s ohřevem | • topné hnízdo |
| • magnetické míchadlo (2×) | • stojan laboratorní (2×) |
| • křížová svorka (3×) | • držák pro NZ 29/32 (3×) |
| • lžička a špachtle | • teploměr |
| • odměrný válec 10 ml (2×) | • odměrný válec 50 ml |
| • předvážky s přesností 0,01 g | • baňka s kulatým dnem 250 ml s NZ 29/32 se zátkou |
| • Liebigův chladič s NZ 29/32 | • hadice pro připojení vody k chladiči |
| • podstavec pod baňku s kulatým dnem 250 ml | • kádinka 400 ml |
| • kádinka 250 ml (2×) | • kádinka 150 ml (3×) |
| • filtrační kruh | • Erlenmeyerova baňka 250 ml |
| • nálevka hladká filtrační | • filtrační papír |
| • plastová nádoba na ledovou lázeň | • nůžky |
| • násypka | • tyčinka |
| • Büchnerova nálevka | • těsnění pro filtraci za sníženého tlaku |
| • odsávací baňka 500 ml | • pinzeta |
| • zdroj vakua | • hodinové sklo nebo Petriho miska na produkt |
| • hodinové sklo na přikrytí kádinky pro TLC | • zkumavky nebo vialky pro TLC analýzu (2×) |
| • skleněná kapilára nebo Pasteurova pipeta | • TLC destička s UV indikátorem 254 nm |
| • UV lampa 254 nm pro vyhodnocení TLC | • aparatura pro stanovení bodu tání |
| • sušárna na chemikálie | • indikátorové papírky |
| • varné kamínky | • plastová miska na chlazení |



Chemikálie

- toluen $C_6H_5CH_3$ č. ($M = 92,14 \text{ g mol}^{-1}$, $\rho = 0,867 \text{ g cm}^{-3}$)
- hydroxid draselný KOH, 20% vodný roztok
- manganistan draselný $KMnO_4$ č. ($M = 158,03 \text{ g mol}^{-1}$)
- siřičitan sodný Na_2SO_3 č.
- kyselina sírová H_2SO_4 cca 1M vodný roztok
- kyselina benzoová – standard pro TLC analýzu
- mobilní fáze pro TLC – hexan-ethyl-acetát (4:1 obj.)
- aceton $(CH_3)_2CO$ č.
- destilovaná voda

Chemikálie	H-věty
toluen	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H315 Dráždí kůži. H361d Podezření na poškození plodu v těle matky. H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici. H304 Při požití a vniknutí do dýchacích cest může způsobit smrt. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. H412 Škodlivý pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
hydroxid draselný 20 % hm.	H290 Může být korozivní pro kovy. H302 Zdraví škodlivý při požití. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí.
manganistan draselný	H272 Může zesílit požár; oxidant. H302 Zdraví škodlivý při požití. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí. H361d Podezření na poškození plodu v těle matky. H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici. H410 Vysoce toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
siřičitan sodný	-
kyselina sírová 1M	H290 Může být korozivní pro kovy. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí.
kyselina benzoová	H315 Dráždí kůži. H318 Způsobuje vážné poškození očí. H372 Způsobuje poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici.
hexan	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H304 Při požití a vniknutí do dýchacích cest může způsobit smrt. H315 Dráždí kůži. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. H361f Podezření na poškození reprodukční schopnosti. H373 Může způsobit poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici. H411 Toxický pro vodní organismy, s dlouhodobými účinky.
ethyl-acetát	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. EUH 066 Opakovaná expozice může způsobit vysušení nebo popraskání kůže.
aceton	H225 Vysoce hořlavá kapalina a páry. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě.



Pracovní postup

Příprava kyseliny benzoové

- Do baňky s kulatým dnem o objemu 250 ml opatřené větším množstvím varných kamínků opatrně bez toho, aniž by došlo k potřísnění zábrusu, nalijte 5 ml 20% roztoku hydroxidu draselného a přidejte 45 ml destilované vody.
- Poté do baňky přilijte 7,0 ml toluenu.
- Sestavte si aparaturu pro zahřívání pod zpětným chladičem za použití topného hnízda jako zdroje tepla a začněte zahřívát reakční směs tak aby mírně vřela.
- Mezitím si na magnetické míchačce v kádince o objemu 250 ml rozpustíte za horka 17,5 g manganistanu draselného ve 150 ml destilované vody. Rozpouštění pro urychlení realizujte tak, že potřebné množství manganistanu draselného vsypejte za intenzivního míchání na magnetické míchačce do zahřáté horké destilované vody (nejméně 70 °C).
- Horký roztok manganistanu draselného přidejte ve třech po sobě jdoucích dávkách s odstupem 10 minut přes chladič do reakční směsi.
- Po přidání veškerého roztoku manganistanu draselného pokračujte v zahřívání reakční směsi tak aby mírně vřela ještě po dobu nejméně 2,5 hodin nebo do vymizení fialového odstínu způsobeného ještě nezreagovaným manganistanem.
- Odstavte zahřívání a reakční směs ponechte zchladnout na laboratorní teplotu. Během chladnutí by mělo dojít ke zřetelné sedimentaci vzniklého oxidu manganičitého na dno baňky.
- Připravte si aparaturu pro vakuovou filtraci a matečný roztok nad sraženinou oxidu manganičitého slijte do Büchnerovy nálevky a shromažďujte filtrát obsahující váš produkt.
- Sraženinu v baňce dekantujte 3× 20 ml destilované vody a matečný roztok vždy zfiltrujte do téhož filtrátu, který jste obdrželi v předchozí filtraci. Filtrát bude velmi pravděpodobně mírně nahnědlý vlivem mikrokrystalického oxidu manganičitého, který prošel filtrem.
- Spojené filtráty převedte do kádinky o objemu 400 ml, zahřejte na magnetické míchačce na cca 40 °C a přidejte přibližně 0,5 g pevného siřičitanu sodného.
- Následně do kádinky po malých dávkách (cca 5 ml) přidejte 45 ml 1M roztoku kyseliny sírové tak, aby měla směs po přidavku pH nejvýše 2. Pokud není pH směsi dostatečně kyselé, realizujte další přidavky 5ml dávek 1M roztoku kyseliny sírové tak, aby bylo výsledné pH reakční směsi pod hodnotou 2.
- Reakční směs následně ochlaďte v ledové lázni a vyloučený produkt odfiltrujte za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce.
- Produkt na filtru promyjte 3× 10 ml ledové destilované vody a ponechte přibližně 10 minut prosávat vzduchem.
- Následně produkt vysušte v sušárně při maximální teplotě 50 °C po dobu 30 minut.
- Produkt zvažte a zaznamenejte si výtěžek.
- Odpady obsahující toluen likvidujte do speciální nádoby. Ostatní odpady nekontaminované toluenem můžete likvidovat do výlevky.

Charakterizace produktu

- Pro izolovanou kyselinu benzoovou změřte bod tání na příslušné dostupné aparatuře.
- S výsledným produktem realizujte TLC analýzu s UV detekcí (rozpouštědlo: aceton, mobilní fáze hexan–ethyl-acetát (4:1 obj.) oproti standardu produktu (čistá kyselina benzoová).
- Odpady z charakterizace produktu likvidujte do speciální nádoby.



Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) **Do pracovního listu uveďte přesný objem toluenu a přesnou navážku manganistanu draselného, které jste použili pro syntézu.**
- 2) **Vypočítejte teoretický výtěžek produktu. (Nápověda: Nezapomeňte na kontrolu limitujícího reaktantu.)**
- 3) **Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.**
- 4) **Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).**
- 5) **Vyhodnoťte TLC – uveďte počet skvrn, jejich retenční faktory a pravděpodobné složení. Vyjádřete se k čistotě produktu reakce. TLC přiložte k pracovnímu listu.**
- 6) **Zapište naměřený bod tání vašeho produktu.**
- 7) **Vysvětlete a vyčíslenu chemickou rovnicí popište význam přidávání siřičitanu sodného do filtrátu reakční směsi.**
- 8) **Zdůvodněte, proč je třeba hlídat dostatečné okyselení reakční směsi při izolaci kyseliny benzoové.**
- 9) **Z jakého důvodu je nutné izolovanou kyselinu benzoovou sušit při nízké teplotě?**
- 10) **Kyselinu benzoovou je možné připravit i oxidací manganistanem draselným v kyselém prostředí. Popište vyčíslenu chemickou rovnicí tuto reakci.**
- 11) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**



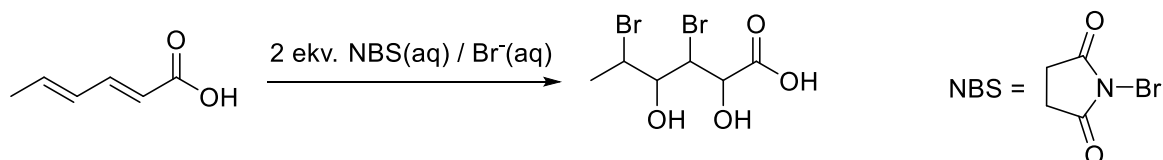
Úloha 2 Stanovení kyseliny sorbové jodometricky

13 bodů

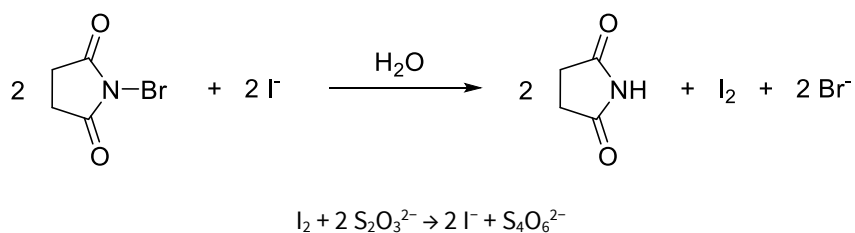
Kyselina sorbová (kyselina (2*E*, 4*E*)-hexa-2,4-dienová, C₆H₈O₂, *M* = 112,13 g mol⁻¹) je nenasycená monokarboxylová kyselina, která se velmi často používá jako konzervant. Jako taková inhibuje růst a množení některých plísníových a bakteriálních kultur. Najdeme ji velmi často v konzervovaných ovocných či zeleninových výrobcích (nápoje, džemy, saláty apod.). Přestože se jedná o prakticky neškodnou kyselinu a dle FDA se jedná o tzv. látku GRAS (generally recognized as safe, tj. látku, která nepodléhá regulaci), je třeba její obsah v některých výrobcích kontrolovat, aby byla zajištěna její správná koncentrace v koncovém produktu.

Kyselina sorbová se dá čistá stanovit volumetricky jednoduše jako slabá jednosytná kyselina (její p*K*_a je 4,76, tedy je prakticky stejně kyselá jako kyselina octová), nicméně pokud ji máme ve směsi s jinými látkami, jeví se jako vhodnější její jodometrické stanovení.

Jodometrické stanovení kyseliny sorbové spočívá v její reakci s *N*-bromsukcinimidem (NBS) ve vodném prostředí v přítomnosti bromidu:



Nadbytek *N*-bromsukcinidu se následně stanovuje jodometricky dle Barakata a Abd El-Wahaba (původní metoda je askorbometrická ale shodné výsledky poskytuje i klasická jodometrie); k přebytečnému NBS se přidá nadbytek roztoku jodidu draselného a vyloučený jod se retitruje thiosíranem:



Vzhledem k tomu, že vodný roztok *N*-bromsukcinimidu není z jeho podstaty základní látka, je samozřejmě nutné tento roztok předem standardizovat, resp. provést slepý pokus.

V následující úloze provedete:

- Extrakci kyseliny sorbové z roztoku konzervačního přípravku.
- Jodometrické stanovení obsahu kyseliny sorbové ve vzorku jejího roztoku popsanou metodou s vizuální indikací bodu ekvivalence.



Pomůcky

- lihový fix a tužka
- stříčka s destilovanou vodou
- alobal
- křížová svorka (2×)
- držák na byretu
- špachtle
- odměrný válec 50 ml
- odměrný válec 10 ml (3×)
- odměrný válec 100 ml
- lodička na vážení
- kádinka 150 ml (2×)
- kádinka 100 ml (2×)
- kádinka 400 ml
- kádinka 250 ml (2×)
- plastové kapátko (3×)
- Erlenmeyerova baňka 250 ml s NZ 29/32 (3×)
- pipeta nedělená 10 ml (2×)
- předvážky s přesností 0,01 g
- skleněná miska na vodní lázeň
- papírové utěrky
- zátka plastová pro NZ 29/32 (3×)
- stojan laboratorní (2×)
- držák pro NZ 29/32 (2×)
- lžička
- dělicí nálevka dle Squibba 250 ml se zátkou
- lodička na vážení
- plastová nádoba na chlazení
- skleněná tyčinka
- nálevka hladká filtrační
- teploměr
- odměrná baňka 100 ml se zátkou (2×)
- byreta 25 ml
- malá nálevka na doplňování byrety
- pipetovací balonek
- analytické váhy
- magnetická míchačka s ohřevem a míchadlem
- filtrační kruh



Chemikálie

- vzorek konzervačního přípravku o objemu 10,00 ml v zásobní lahvičce
- thiosíran sodný pentahydrát $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,02M odměrný roztok (přesná koncentrace je uvedena na zásobní lahvi)
- *N*-bromsukcinimid $\text{C}_4\text{H}_4\text{NO}_2\text{Br}$ ($M = 177,99 \text{ g mol}^{-1}$), roztok o hmotnostní koncentraci $4,40 \text{ g dm}^{-3}$
- diethylether (C_2H_5)₂O č.
- kyselina octová CH_3COOH konc.
- kyselina chlorovodíková HCl 10% vodný roztok
- bromid draselný KBr 4% vodný roztok
- jodid draselný KI 15% vodný roztok
- hydrogenuhličitan sodný NaHCO_3 0,5% vodný roztok
- škrobový maz

Chemikálie	H-věty
thiosíran sodný pentahydrát	-
<i>N</i> -bromsukcinimid roztok o hmotnostní koncentraci $4,40 \text{ g dm}^{-3}$	H290 Může být korozivní pro kovy. H315 Dráždí kůži. H317 Může vyvolat alergickou kožní reakci. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H400 Vysoce toxický pro vodní organismy.
diethylether	H224 Extrémně hořlavá kapalina a páry. H302 Zdraví škodlivý při požití. H336 Může způsobit ospalost nebo závratě. EUH 019 Může vytvářet výbušné peroxidy. EUH 066 Opakovaná expozice může způsobit vysušení nebo popraskání kůže.
škrobový maz	-
kyselina octová konc.	H226 Hořlavá kapalina a páry. H314 Způsobuje těžké poleptání kůže a poškození očí. H318 Způsobuje vážné poškození očí.
kyselina chlorovodíková 10 % hm.	H290 Může být korozivní pro kovy. H315 Dráždí kůži. H319 Způsobuje vážné podráždění očí. H335 Může způsobit podráždění dýchacích cest.
bromid draselný 4 % hm.	H319 Způsobuje vážné podráždění očí.
jodid draselný 15 % hm.	H372 Způsobuje poškození orgánů při prodloužené nebo opakované expozici.
hydrogenuhličitan sodný 0,5 % hm.	-



Pracovní postup

Příprava vzorku

- Obsah zásobní lahvičky se vzorkem kvantitativně převedte do dělicí nálevky o objemu 250 ml. K výplachu zásobní lahvičky můžete použít stříčku s destilovanou vodou.
- Ke vzorku v dělicí nálevce přidejte 10 ml 10% roztoku kyseliny chlorovodíkové.
- Směs v dělicí nálevce extrahujte 2× 25 ml diethyletheru.
- Spojené etherické extrakty promyjte v dělicí nálevce 1× protřepáním s 10 ml destilované vody.
- Etherické extrakty v dělicí nálevce důkladně protřepejte 1× s 50 ml 0,5% roztoku hydrogenuhličitanu sodného.
- Vodnou fázi důkladně oddělte od etherické a převedte ji do odměrné baňky o objemu 100 ml.
- Obsah odměrné baňky doplňte destilovanou vodou po rysku a řádně homogenizujte.

Standardizace odměrného roztoku NBS

- Odměrný roztok NBS je připraven v zásobní lahvi obalené alobalem. Z této lahve si odlijte do malé kádinky cca 100 ml roztok NBS.
- Pro standardizaci tohoto roztoku si do 250ml Erlenmeyerovy baňky s NZ 29/32 odpipetujte 10,00 ml 0,5% roztoku hydrogenuhličitanu sodného, dále 10,00 ml roztoku NBS a poté válcem dále přidejte 5,0 ml koncentrované kyseliny octové a 1,0 ml 4% roztoku bromidu draselného.
- Baňku uzátkujte a její obsah důkladně protřepejte. Následně ji vložte do vodní lázně o teplotě 30–40 °C a ponechte ji v lázni po dobu 10–15 minut.
- Po uplynutí této doby baňku odzátkujte a přidejte 5,0 ml 15% vodného roztoku jodidu draselného.
- Sestavte si titrační aparaturu a byretu si naplňte 0,02M roztokem thiosíranu sodného.
- Směs v baňce bezprostředně po přidavku roztoku jodidu titrujte odměrným roztokem thiosíranu sodného z hnědého do žlutého zbarvení. Následně přidejte 3 ml škrobového mazu a roztok dotitrujte z modrého (zeleného či hnědého, dle nálady indikátoru) zbarvení do bezbarvého.
- Titraci proveďte nejméně 3× a spotřeby si zaznamenejte.

Stanovení obsahu kyseliny sorbové ve vzorku

- Sestavte si titrační aparaturu a byretu si naplňte 0,02M roztokem thiosíranu sodného.
- Z připraveného roztoku vzorku odpipetujte 10,00ml alikvotní podíl do 250ml Erlenmeyerovy baňky s NZ 29/32, dále připipetujte 10,00 ml standardizovaného odměrného roztoku NBS a poté válcem dále přidejte 5,0 ml koncentrované kyseliny octové a 1,0 ml 4% roztoku bromidu draselného.
- Baňku uzátkujte a její obsah důkladně protřepejte. Následně ji vložte do vodní lázně o teplotě 30–40 °C a ponechte ji v lázni po dobu 10–15 minut.
- Po uplynutí této doby baňku odzátkujte a přidejte 5,0 ml 15% vodného roztoku jodidu draselného.
- Směs v baňce bezprostředně po přidavku roztoku jodidu titrujte odměrným roztokem thiosíranu sodného z hnědého do žlutého zbarvení. Následně přidejte 3 ml škrobového mazu a roztok dotitrujte z modrého (zeleného či hnědého, dle nálady indikátoru) zbarvení do bezbarvého.
- Titraci proveďte nejméně 3× a spotřeby si zaznamenejte.
- Odpady obsahující diethylether likvidujte do speciální nádoby. Ostatní odpady můžete likvidovat do výlevky.

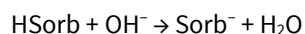


Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) Do pracovního listu uveďte přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného.
- 2) Do tabulky v pracovním listu uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného pro standardizaci odměrného roztoku *N*-bromsukcinimidu.
- 3) Vypočítejte přesnou koncentraci odměrného roztoku *N*-bromsukcinimidu.
- 4) Do tabulky v pracovním listu uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného pro stanovení kyseliny sorbové v připraveném vzorku.
- 5) Určete hmotnost a hmotnostní koncentraci (v mg cm^{-3}) kyseliny sorbové v roztoku vzorku konzervačního přípravku.
- 6) Chemickou rovnicí popište děj, který probíhá při protřepávání etherického extraktu kyseliny sorbové s vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného.
- 7) Kolik různých geometrických izomerů kyseliny sorbové může existovat? Zapište jejich struktury a řádně je pojmenujte.
- 8) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

**Úloha 3 Stanovení kyseliny sorbové alkalimetry****12 bodů**

Kyselina sorbová (kyselina (2*E*, 4*E*)-hexa-2,4-dienová, C₆H₈O₂, HSorb, *M* = 112,13 g mol⁻¹) se dá kromě komplikovaného jodometrického stanovení ve směsích a potravinách stanovit i jako čistý preparát pro konzervaci potravin přímou alkalimetry titrací s vizuální, potenciometrickou nebo konduktometrickou indikací bodu ekvivalence:



V následující úloze provedete:

- Alkalimetry stanovení obsahu kyseliny sorbové v potravinářském preparátu kyseliny sorbové pro konzervaci potravin s potenciometrickou a konduktometrickou indikací bodu ekvivalence.

Pomůcky

- lihový fix a tužka
- stříčka s destilovanou vodou
- držák na byretu
- byreta 25 ml
- předvážky s přesností 0,01 g
- lžička
- lodička na vážení
- kádinka 150 ml (2×)
- magnetická míchačka
- pH-metr s měrnou pH-elektrodou
- konduktometr s vodivostní sondou
- odměrná baňka 200 ml se zátkou
- skleněná tyčinka
- papírové utěrky
- křížová svorka (2×)
- držák na elektrodu
- malá nálevka na doplnění byrety
- analytické váhy
- špachtle
- notebook/PC s tabulkovým procesorem
- kádinka 250 ml (2×)
- magnetické míchadlo
- odměrný válec 100 ml
- filtrační nálevka menších rozměrů
- pipeta nedělená 20 ml
- pipetovací balonek

Chemikálie

- kyselina sorbová potravinářská
- ethanol C₂H₅OH techn.
- hydroxid sodný NaOH 0,1M odměrný roztok (přesná koncentrace je uvedena na zásobní lahvi)
- destilovaná voda

Chemikálie	H-věty	
kyselina sorbová	H315	Dráždí kůži.
	H319	Způsobuje vážné podráždění očí.
ethanol	H225	Vysoce hořlavá kapalina a páry.
	H319	Způsobuje vážné podráždění očí.
hydroxid sodný 0,1M vodný roztok	H315	Dráždí kůži.
	H319	Způsobuje vážné podráždění očí.



Pracovní postup

Příprava vzorku

- Na analytických vahách si odvažte diferenčně přesně přibližně 1,0 g potravinářského vzorku kyseliny sorbové a tento vzorek rozpustte v kádince o objemu 150 ml v přibližně 100 ml ethanolu.
- Obsah kádinky kvantitativně převedte do odměrné baňky o objemu 200 ml a doplňte ethanolom po rysku. Vzorek v odměrné baňce řádně homogenizujte.

Stanovení kyseliny sorbové ve vzorku s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence

- Připravte si titrační aparaturu pro potenciometrickou titraci a byretu si naplňte 0,1M roztokem hydroxidu sodného. Využijte magnetickou míchačku pro neustálé promíchávání měřeného vzorku.
- Do kádinky o objemu 150 ml si odpipetujte 20,00 ml připraveného vzorku kyseliny sorbové a přidejte tolik destilované vody, aby následně byla měrná část pH-elektrody zcela ponořená v roztoku.
- Do kádinky se vzorkem umístěte měrnou elektrodu pH-metru (měrná část elektrody musí být zcela ponořená v měřeném roztoku).
- Zapněte pH-metr a míchání a začněte zaznamenávat hodnoty pH.
- Roztok vzorku v kádince titrujte 0,1M odměrným roztokem NaOH po krocích 0,5 ml až do dosažení bodu ekvivalence. Nezapomeňte naměřit dostatečné množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence, aby bylo možné vyhodnotit titrační křivku.
- V průběhu titrace si po každém přidavku odměrného roztoku NaOH zaznamenávejte hodnotu pH roztoku.
- Titrační křivku vyhodnoťte, přijměte hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH v bodu ekvivalence a v případě potřeby titraci opakujte.

Stanovení kyseliny sorbové ve vzorku s potenciometrickou indikací bodu ekvivalence

- Připravte si titrační aparaturu pro konduktometrickou titraci a byretu si naplňte 0,1M roztokem hydroxidu sodného. Využijte magnetickou míchačku pro neustálé promíchávání měřeného vzorku.
- Do kádinky o objemu 150 ml si odpipetujte 20,00 ml připraveného vzorku kyseliny sorbové a přidejte tolik destilované vody, aby následně byla měrná část vodivostní sondy zcela ponořená v roztoku.
- Do kádinky se vzorkem umístěte vodivostní sondu konduktometru (měrná část vodivostní sondy musí být zcela ponořená v měřeném roztoku).
- Zapněte konduktometr a míchání a začněte zaznamenávat hodnoty vodivosti.
- Roztok vzorku v kádince titrujte 0,1M odměrným roztokem NaOH po krocích 0,5 ml až do dosažení bodu ekvivalence. Nezapomeňte naměřit dostatečné množství hodnot po dosažení bodu ekvivalence, aby bylo možné vyhodnotit titrační křivku.
- V průběhu titrace si po každém přidavku odměrného roztoku NaOH zaznamenávejte hodnotu vodivosti měřeného roztoku.
- Titrační křivku vyhodnoťte, přijměte hodnotu spotřeby odměrného roztoku NaOH v bodu ekvivalence a v případě potřeby titraci opakujte.



Vyhodnocení a otázky (vypracujte do pracovního listu)

- 1) Do pracovního listu uveďte přesnou hmotnost navážky kyseliny sorbové použité pro stanovení a rovněž přesnou koncentraci odměrného roztoku hydroxidu sodného.**
- 2) K pracovnímu listu přiložte vyhodnocenou titrační křivku potenciometrické titrace včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného pro potenciometrickou titraci.**
- 3) K pracovnímu listu přiložte vyhodnocenou titrační křivku konduktometrické titrace včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného pro konduktometrickou titraci.**
- 4) Vypočítejte čistotu (v hm. %) potravinářského vzorku kyseliny sorbové pomocí obou metod.**
- 5) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**

PRACOVNÍ LIST

40 BODŮ

Úloha 1 **Syntéza kyseliny benzoové**

15 bodů

- 1) Uvedte přesný objem toluenu a přesnou navážku manganistanu draselného, které jste použili pro syntézu.

Přesný objem použitého toluenu: _____

Přesná navážka použitého KMnO_4 : _____

- 2) Vypočítejte teoretický výtěžek produktu. (Nápověda: Nezapomeňte na kontrolu limitujícího reaktantu.)

Výpočty:	
Teoretický výtěžek kyseliny benzoové:	body:

- 3) Zapište praktický výtěžek a stanovte procentuální výtěžek vašeho produktu.

Praktický výtěžek:	
Procentuální výtěžek:	
	body:

- 4) Popište vlastnosti produktu (barva, skupenství, zápach).

Popis produktu:

body:

- 5) Vyhodnoťte TLC – uveďte počet skvrn, jejich retenční faktory a pravděpodobné složení. Vyjádřete se k čistotě produktu reakce. TLC přiložte k pracovnímu listu.

Vyhodnocení TLC:

Vzorek	Počet skvrn	R_f / 1 pro jednotlivé skvrny
standard kyseliny benzoové		
připravený produkt		

Vyjádření k čistotě produktu reakce:

body:

- 6) Zapište naměřený bod tání vašeho produktu.

Naměřený bod tání:

body:

- 7) Vysvětlete a vyčíslenou chemickou rovnicí popište význam přidávání siřičitanu sodného do filtrátu reakční směsi.

--

Vysvětlení:
Rovnice:
body:

8) **Zdůvodněte, proč je třeba hlídat dostatečné okyselení reakční směsi při izolaci kyseliny benzoové.**

Zdůvodnění:
body:

9) **Z jakého důvodu je nutné izolovanou kyselinu benzoovou sušit při nízké teplotě?**

Zdůvodnění:
body:

10) **Kyselinu benzoovou je možné připravit i oxidací manganistanem draselným v kyselém prostředí. Popište vyčíslenou chemickou rovnicí tuto reakci.**

Rovnice:
body:

11) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**

Seznam prohřešků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor / dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.
--

	body:
--	--------------

**Úloha 2 Stanovení kyseliny sorbové jodometricky****13 bodů****1) Uveďte přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného.**Přesná koncentrace odměrného roztoku $S_2O_3^{2-}$: _____**2) Uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného pro standardizaci odměrného roztoku *N*-bromsukcinimidu.**

Spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného:

$V_1 (S_2O_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_2 (S_2O_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_3 (S_2O_3^{2-}) / \text{ml}$	$(V_4 (S_2O_3^{2-})) / \text{ml}$	$V_{\text{přijata}} (S_2O_3^{2-}) / \text{ml}$

body:

3) Vypočítejte přesnou koncentraci odměrného roztoku *N*-bromsukcinimidu.

Výpočty:

$c(\text{NBS}) =$

body:



- 4) Uveďte jednotlivé spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného pro stanovení kyseliny sorbové v připraveném vzorku.

Spotřeby odměrného roztoku thiosíranu sodného:

$V_1 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_2 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$V_3 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$	$(V_4 (\text{S}_2\text{O}_3^{2-})) / \text{ml}$	$V_{\text{přijata}} (\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) / \text{ml}$

body:

- 5) Určete hmotnost a hmotnostní koncentraci (v mg cm^{-3}) kyseliny sorbové v roztoku vzorku konzervačního přípravku.

Výpočty:

$m(\text{kyselina sorbová}) =$

$c_m(\text{kyselina sorbová}) =$

body:

- 6) Chemickou rovnicí popište děj, který probíhá při protřepávání etherického extraktu kyseliny sorbové s vodným roztokem hydrogenuhličitanu sodného.

Rovnice:

body:

- 7) Kolik různých geometrických izomerů kyseliny sorbové může existovat? Zapište jejich struktury a řádně je pojmenujte.

Struktury geometrických izomerů včetně pojmenování:

body:

- 8) Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.

Seznam prohřešků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor/dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.

body:

Úloha 3 Stanovení kyseliny sorbové alkalimetry

12 bodů

- 1) Uveďte přesnou hmotnost navážky kyseliny sorbové použité pro stanovení a rovněž přesnou koncentraci odměrného roztoku hydroxidu sodného.

Přesná hmotnost navážky kyseliny sorbové: _____

Přesná koncentrace odměrného roztoku NaOH: _____

- 2) **Přiložte vyhodnocenou titrační křivku potenciometrické titrace včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného pro potenciometrickou titraci.**

$V_{\text{přijata,potencio}}(\text{NaOH}) =$	body:
--	--------------

- 3) **Přiložte vyhodnocenou titrační křivku potenciometrické titrace včetně naměřených dat a uveďte přijatou hodnotu spotřeby odměrného roztoku hydroxidu sodného pro konduktometrickou titraci.**

$V_{\text{přijata,kondukto}}(\text{NaOH}) =$	body:
--	--------------

- 4) **Vypočítejte čistotu (v hm. %) potravinářského vzorku kyseliny sorbové pomocí obou metod.**

Výpočty:	
$w(\text{kyselina sorbová, potencio}) =$	
$w(\text{kyselina sorbová, kondukto}) =$	
	body:

- 5) **Hodnocena je i správná laboratorní technika a bezpečná práce v chemické laboratoři.**

Seznam prohrěšků proti správné laboratorní praxi (vyplní organizátor/dozor v laboratoři) včetně příslušné bodové ztráty.
--

	body:
--	--------------