



Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny Kémia I. kategória 3. forduló

Budapest, 2016. március 19.

A verseny döntője két mérési feladatból áll. Mindkét feladat szövege, valamint a hozzájuk szükséges anyagok, eszközök a laborasztalán találhatóak.

4 óra tiszta munkaidő áll rendelkezésére, hogy a két feladat kísérleteit elvégezze, kiértékelje és eredményeit leírja. Az időt a feladatok között saját belátása szerint oszthatja be. A feladatokat tetszés szerinti sorrendben végezheti.

Munkájának megkezdése előtt **további 20 perce van**, aminek során átolvashatja a feladatlapot, és átgondolhatja teendőit. A kísérletezést csak a 20 perc eltelte után kezdheti meg.

A kiadott eszközökön kívül kizárólag számológép használható. Az eszközöket újrafelhasználás esetén szükség szerinti alaposan mosogassa el! A rendelkezésre álló eszközök és anyagok listája és egy periódusos rendszer az asztalon található.

A kódszámát minden lapra írja rá!

Vegyszerből és eszközből kérhet pótlást. Az első alkalommal nem jár ezért büntetés, de az összes további kérésért 1-1 pontot vonnak le a forduló 50 pontjából. Desztillált vizet pontlevonás nélkül is lehet kérni.

A gyakorlat közben a felügyelő engedélyével használhatja a folyosók közepén található mosdókat, de egyszerre csak egy személy.

A munka során egyszer kell rövid szünetet tartania, és enni-inni a folyosó végén található teremben tanári felügyelet mellett. Ide egyszerre többen is kimehetnek, de az egymással való kommunikáció nem megengedett.

1. feladat

Bázisos réz-karbonátok vizsgálata

Rézionok karbonátionokkal változatos összetételű, szép színű csapadékokat képeznek. A csapadékok eltérő arányban tartalmazhatnak réz-, hidroxid-, és karbonátionokat, továbbá kristályvizet. Ezen anyagokat összefoglaló néven „bázisos réz-karbonátnak” nevezzük. A legtöbb ilyen vegyület metastabil: hosszabb-rövidebb idő alatt átalakul a csoport legstabilabb képviselőjévé, a szép zöld színű malachittá $[\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2]$. A malachitot porrá őrölve művészi olajfestékekben, nagyobb darabjait pedig szobrok, vázák készítésére használták. A bázisos-réz-karbonátok egy másik híres képviselője az ásványként előforduló azurit $[\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2]$, melynek gyönyörű sötétkék kristályait szívesen használták a reneszánsz festői, például a költői „Azurro Della Magna” néven. Sajnos az azurittal készült képek idővel bezöldültek, mert a festék malachittá alakult.

Ebben a feladatban kétféle bázisos réz-karbonátot fogunk vizsgálni.

CuSO_4 és Na_2CO_3 oldatok reakciójában bázisos réz-karbonát csapadék keletkezik. A reakciót esetenként gázfejlődés is kíséri.

Töltsünk egy főzőpohár 25 ml-es jeléig $0,25 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú CuSO_4 -oldatot, és állandó keverés mellett (üvegbot) **lassan** elegyítsünk hozzá 25 ml hasonlóan kimért $0,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú Na_2CO_3 -oldatot. Figyeljük meg alaposan, hogy az elegyítés során mikor fejlődik gáz!

Ismételjük meg a kísérletet úgy is, hogy a két oldatot felcseréljük, azaz Na_2CO_3 -oldatba öntjük lassan a CuSO_4 -oldatot!

Milyen gáz fejlődik?

Az adagolás során mikor fejlődik a gáz?

CuSO_4 -hoz Na_2CO_3 :

Na_2CO_3 -hoz CuSO_4 :

A tapasztalatok értelmezésében segít, ha a reakciót megismétli Na_2CO_3 -oldat helyett $1,0 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú NaHCO_3 -oldattal.

Az adagolás során mikor fejlődik itt a gáz?

CuSO_4 -hoz NaHCO_3 :

NaHCO_3 -hoz CuSO_4 :

Tapasztalatai alapján írja fel a CuSO_4 és a Na_2CO_3 között különböző adagolási sorrendek esetén lezajló reakció egyenletét!

Az egyenleteket úgy írja fel, mintha a levált csapadék a malachit lenne!

CuSO_4 -hoz Na_2CO_3 :



Na_2CO_3 -hoz CuSO_4 :



Honnan tudjuk, hogy nem malachit válik ki?

Melyik anyag (CuSO_4 vagy Na_2CO_3) volt feleslegben az egyes esetekben az adagolás elején, ill. végén?

CuSO_4 -hoz Na_2CO_3 :

Na_2CO_3 -hoz CuSO_4 :

Milyen anyagok vannak a két esetben a reakció végén az oldatban?

CuSO_4 -hoz Na_2CO_3 :

Na_2CO_3 -hoz CuSO_4 :

Melyik esetben magasabb a keletkezett oldat pH-ja?

A reakció során kivált igen finom eloszlású csapadék szűrése nehéz feladat, ezért ezt előre elvégeztük. A kiszűrt és kiszáritott anyag egy mintáját megtalálja az asztalán **"bázisos réz-karbonát A"** névvel ellátva.

A következő kísérletet ezzel az anyaggal végezze:

Az anyag egy kis mintáját hevítse kémcsőben hőlégfúvó segítségével! A hőlégfúvó használatát a gyakorlatvezető a gyakorlat elején bemutatja. **Vigyázzon, a hőlégfúvóból távozó levegő olyan forró, hogy égési sérülést, sőt éghető anyagra irányítva tüzet is okozhat!**

Az anyagot először gyengén, majd erősebben hevítse!

Milyen változásokat lát a fokozatos hevítés során?

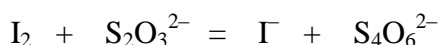
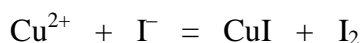
Milyen anyag marad vissza a kémcsőben végül, az erős hevítés után?

- fémréz
- réz(I)-oxid
- réz(II)-oxid
- valamilyen réz-oxid és szén keveréke
- malachit
- azurit

A munka további részében a kiadott két bázisos réz-karbonát minta (A és B) réztartalmát fogjuk meghatározni jodometriás titrálás segítségével. A B jelű minta az A mintához hasonló módon készült, csak a lecsapást magasabb hőmérsékleten, 100 °C közelében végeztük.

A mérés során a sósavban feloldott mintákhoz KI-t adunk. A reakcióban kivált jódot keményítő indikátor mellett $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -oldattal mérjük.

Rendezze a mérés során végbemenő reakciók egyenletét!



Figyelem! A mérés során 0,001 g osztású digitális mérleget fogunk használni. A méréshez az asztalához legközelebbi mérleget használja! Más mérleget csak akkor használhat, ha azt éppen senki más nem használná. Egyszerre csak egy anyagot mérjen be, majd adja át helyét a következő versenyzőnek. Ne töltsön anyagot a mérleg fölé! A munka befejeztével az esetleg kiszóródott anyagot takarítsa fel!

Mérjük be mérlegben a minta 0,3 – 0,5 g-os mennyiségét 0,001 g pontossággal egy titrálólombikba. Oldjuk az anyagot 10 ml 1 mol/dm³ koncentrációjú HCl-oldatban! Adjunk a mintához 1 kanál szilárd KI-ot (a kanál nagyobb végével)! Alapos összekeverés után titráljuk az oldatot 0,5 mol/dm³ koncentrációjú $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -oldattal (a mérőoldat pontos koncentrációja a flakon címkéjén olvasható). Ha a jód jelentős része már elreagált, és az oldat csak halványsárga, adjunk 8-10 csepp keményítőoldatot a mintához, és így fejezzük be a mérést.

A mérést ismételjük meg szükség szerinti számban.

Mivel savas közegben a levegő oxigénje oxidálni képes a jodidionokat, a titrálást közvetlenül a KI adagolása után végezzük el!

Adja meg a bemért tömegeket, a titrálások fogyásait és az átlagfogyásokat!

Határozza meg a két minta tömegszázalékos réztartalmát!

Számítás:

	A minta	B minta
réztartalom, $m/m\%$		

Számításai, és kísérleti tapasztalatai alapján elmondhatjuk, hogy:
(vegye figyelembe, hogy a titrálási módszer pontossága így végezve $\pm 1-2\%$)

az A minta	a B minta
<input type="checkbox"/> biztos, hogy azurit [$\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$] <input type="checkbox"/> lehetséges, hogy azurit <input type="checkbox"/> kizárt, hogy azurit	<input type="checkbox"/> biztos, hogy malachit [$\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$] <input type="checkbox"/> lehetséges, hogy malachit <input type="checkbox"/> kizárt, hogy malachit
Ha nem sikerül a mintát egyértelműen azonosítani, akkor is biztos, hogy a minta:	
<input type="checkbox"/> kristályvizet nem tartalmaz <input type="checkbox"/> hidrogén-karbonát-iont tartalmaz <input type="checkbox"/> vagy HCO_3^- vagy CO_3^{2-} iont tartalmaz	<input type="checkbox"/> kristályvizet nem tartalmaz <input type="checkbox"/> hidrogén-karbonát-iont tartalmaz <input type="checkbox"/> vagy HCO_3^- vagy CO_3^{2-} iont tartalmaz

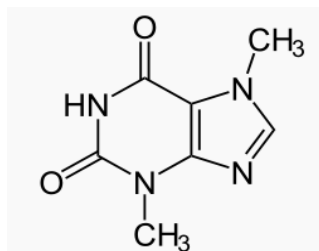
2. feladat

Xantin-alkaloidok vizsgálata vékonyréteg-kromatográfiával

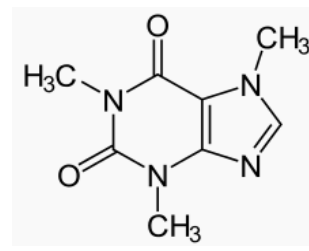
"Milyen csokoládét szeretek? A kerek csokoládét, a szögletes csokoládét, a hosszú csokoládét, a rövid csokoládét, a gömbölyű csokoládét, a lapos csokoládét, a tömör csokoládét, a lyukas csokoládét, a csomagolt csokoládét, a meztelen csokoládét, az egész csokoládét, a megkezdett csokoládét, az édes csokoládét, a keserű csokoládét, a csöves csokoládét, a mogyorós csokoládét, a tejszokoládét, a likőrös csokoládét, a tavalyi csokoládét, az idei csokoládét, és minden olyan csokoládét, amit csak készítenek a világon."

Gombóc Artúr

Ebben a feladatban a csokoládék legfőbb alkotóját, a kakaót fogjuk vizsgálni. A kakaó, a kávé a kóladió és a tea hasonló, ún. xantin-alkaloid típusú biológiailag aktív összetevőket tartalmaz. A kakaót (és különösen a csokoládét) egyes körök afrodiziákumnak, sőt a szerelmi bájitalok legfontosabb összetevőjének tartják. Ebben a feladatban kiderítjük, hogy melyik xantin-alkaloid lehet ezekért a (vélt vagy valódi) hatásokért felelős.



Teobromin

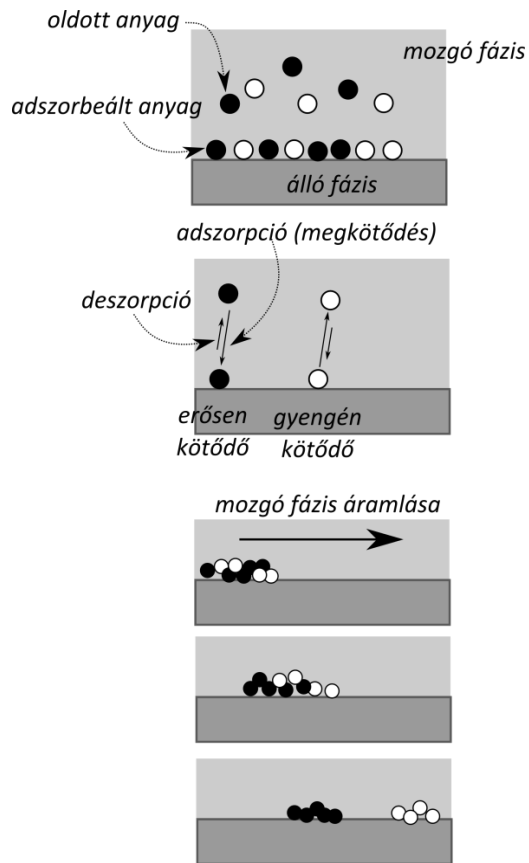


Koffein

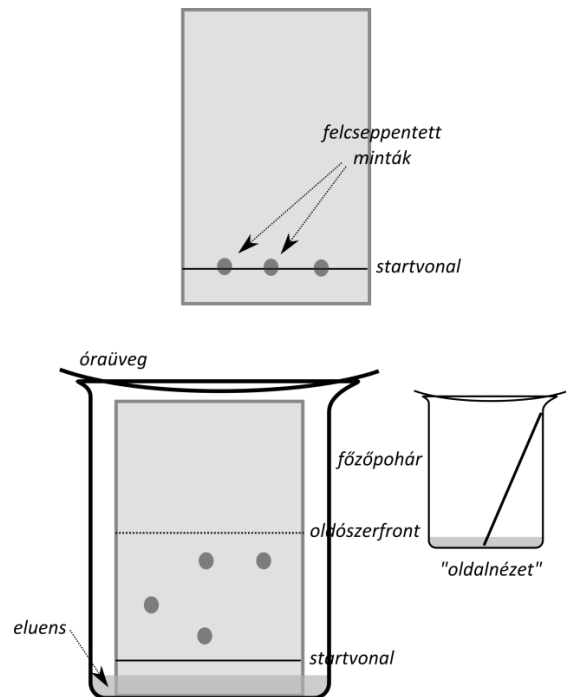
Az olyan vegyületek elkülönítése, amik egymásnak közeli szerkezeti homológjai, az analitikai kémiát nagy kihívás elé állítja. Egy különösen hatékony eljárás ilyen esetben a vékonyréteg-kromatográfia (VRK), ami az anyagok szilárd felületen történő megkötődési egyensúlyát (adszorpció) használja ki elegyek elválasztására.

Az 1. ábrán látható két anyag viselkedése egy szilárd felületen (adszorbens). A színes körökkel (●) jelölt anyag erősebben, az üres körrel (○) jelölt gyengébben kötődik a felülethez. Ha a felület fölött egy oldószert áramoltatunk, akkor a két komponenst eltérő mértékben tudja magával ragadni, ezért a két anyag térben elválik egymástól: az erősen adszorbeálódó (●) komponens „lemarad” a gyengén kötődőhöz (○) képest.

A módszert kromatográfiának nevezzük, a szilárd felületet álló fázisnak, az oldószert mozgó fázisnak vagy eluensnek hívjuk.



1. ábra



2. ábra

A módszerrel való megismerkedés érdekében először elvégezzük a teobromin- és koffeinminták VRK vizsgálatát.

Itt egy olyan módszert kell használnia, amivel esetleg eddig egyszer sem találkozott. Ne ijedjen meg! Olvassa el figyelmesen a leírást, gondolja végig a tennivalókat, és kövesse pontosan az utasításokat!

Álló fázisként egy olyan lemezt használunk, amelyen egy vastag alufólia hordozóra egyenletes rétegben szilikagélt (finom porszerű szilícium-dioxidot) ragasztottak. Ez a vékony réteg különösen alkalmas céljainkra. Kezelése hasonló egy vastagabb papíréhoz, pl. ollóval vágható, grafitlal lehet jelölni stb. Az elválasztás a lap fehér oldalán történik.

Mivel az elválasztás a felületen történik, fontos, hogy a vékonyréteglapot ne fogdossuk össze, hisz az ujjunkról felkenődő zsír jelentősen megváltoztatja a felület kötőképességét. A lapot tehát mindig csak a szélénél, vagy csipesszel szabad megfogni.

1.) Készítsük el a két minta oldatát. A kiadott két kis kémcsőben lévő teobromint és koffeint oldjuk fel 0,5–0,5 ml 80%-os alkoholban. Ne lepődjünk meg, a teobromin nagyon nehezen oldódik, bármilyen oldószert is választanánk. Ha marad oldatlan anyag a csőben, akkor az oldat tiszta részét használjuk.

2.) Húzzon a lap rövidebb oldalával párhuzamosan a lap szélétől kb. 1 cm-re ceruzával egy csíkot (2. ábra)! Ez lesz az ún. startvonal, ide visszük fel az elválasztandó anyagokat. A vonalat mindig tompa, puha ceruzával, vékonyan húzzuk meg, **igyekezzünk minél kevésbé megsérteni a felületet!**

3.) A minta felviteléhez a két oldatot egy-egy kapillárisba szívatjuk fel, és a kapillárisal, mintha egy toll lenne, tudjuk a mintát felvinni az alapvonalra. **Vigyázat! Az üvegkapilláris csúnya sérüléseket okozhat! A munka során rendezetten egy főzőpohárban tartsa őket, vagy a minták mellett, amiknek a felvitelére használta.** Egy kapillárist lehetőleg csak egy mintához használjon. Ha szükséges, a kapillárist víz felszívásával majd papírvattához érintve a kapilláris „elmosható”. A gyakorlat végén a **kapillárisokat a kihelyezett gyűjtőedénybe dobja, semmiképpen se a szemetesbe, ahol súlyos sérüléseket okozhatna!**

Mindkét mintából vigyen fel egy-egy "pöttyöt", ügyelve arra, hogy a folt átmérője minél kisebb, maximum 0,5–1 mm legyen! A pöttyök egymástól és a lap szélétől is kb. egyenlő távolságra legyenek! Elég, ha a kapillárist csak pár másodpercig érinti a vékonyréteghez. Jelölje meg grafittal a felcsöppentés helyét is. Az egyes komponensek jelét a startvonal alá írja grafittal!

Miért nem főlé?

Miért nem lehet a startvonalat tollal meghúzni?

A felvitel során különösen vigyázzon, hogy ne fogja meg kézzel a lapot. **Óvatosan dolgozzon a kapillárisokkal!**

Várja meg, hogy a foltok teljesen megszáradjanak (ez 1-2 percet vehet igénybe). Ez nagyon fontos, mert különben az elválasztás sikertelen lesz. Érdemes a foltok eltűnését követően még 1 percet várakozni.

4.) Az eluenst már előre elkészítettük: kloroform, diklór-metán és izopropil-alkohol 4:2:1 térfogatarányú elegyét fogjuk használni. Az eluensből 6 ml-t öntsön egy 100 ml-es főzőpohárba, és egy óraüveggel fedje le a főzőpoharat!

5.) Egy csipesszel állítsa ferdén a pohárba a vékonyréteglapját úgy, hogy a startvonal alul legyen, és a lap ferdén támaszkodjon az edény falára. Fontos, hogy az oldószer szintje a pohárban ne érje el a startvonalat (ld. 2. ábra). Ne lötyögtesse a poharat! Fedje be a főzőpoharat! **Alapvetően fontos, hogy a pohár végig be legyen fedve, amíg a lap benne van!**

6.) Az eluens a kapillaritás miatt elkezd felszívódni a vékonyréteglapon (azaz a kapilláris erő „mozgatja” a mozgó fázist). **Figyeljen arra, hogy az oldószer egyenletes, a folyadékszinttel párhuzamos frontot képezve kússzon fel a lapon! Ha a lap ferde helyzete vagy az eluens hullámzása miatt az oldószer ferdén fut fel, kezdjen egy új lapot!**

7.) Várja meg, hogy az oldószerfront kb. 1 cm-re megközelítse a lap felső élét, majd vegye ki a lapot a pohárból egy csipesszel. Fektesse le az asztalra, ceruzával jelölje meg az oldószerfront helyzetét, és hagyja a lapot megszáradni.

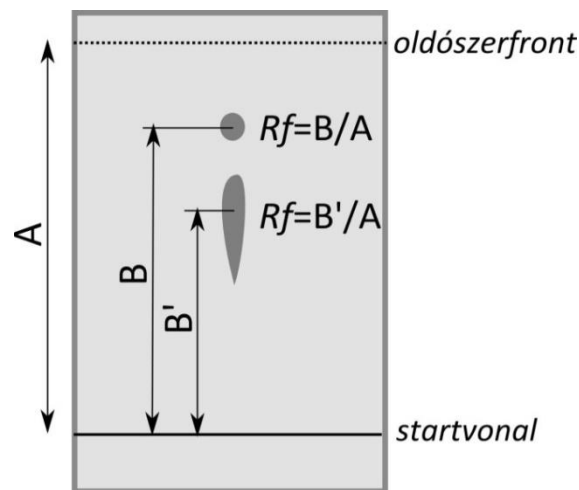
A feladatban színtelen anyagokat vizsgálunk, így nem kell csodálkozni, hogy az elválasztást követően is csak egy fehér lap az eredmény. Szerencsére a xantin-alkaloidok elnyelik az

ultraibolya (UV) fényt, így ez alapján a vékonyréteglapon meghatározható a helyük, ugyanis a vékonyréteget alkotó szilikagélhez olyan anyagot is adtak, ami ultraibolya fény hatására zölden világít. Ha a lapot UV fényvel megvilágítjuk, akkor azokon a részeken, ahol a szilikagél felszínén xantin-alkaloid található, a fény nem jut el a szilikagélre. Más helyeken a szilika zölden világítani fog, tehát a mintákat zöld háttér előtt sötét foltokként látjuk.

8.) Helyezzük a megszáradt vékonyréteget az UV-lámpa alá, és ceruzával rajzoljuk körbe a foltokat.

Ha úgy ítéli meg, hogy nem sikerült az elválasztás, ismétlje meg!

Az egyes komponensek jellemzésére szolgál az ún. retenciós faktor, vagy R_f érték. Ezt úgy tudjuk meghatározni, hogy megmérjük az adott komponens foltja közepének távolságát a startvonaltól, és elosztjuk az értéket a startvonal és a végső oldószerfront távolságával (ld. 3. ábra). Az R_f érték tehát 0 és 1 közötti szám, általában két tizedesjegyre adjuk meg. Ovális vagy elhúzódo foltok esetén a folt közepétől (a legsötétebb résztől) mérje a távolságot!



3. ábra

Határozza meg a két vizsgált alkaloid R_f értékét!

Teobromin:

Koffein:

Ezzel a módszerrel az R_f alapján egyértelműen megkülönböztethető a koffein és a teobromin?

- igen
 nem

Most, hogy sikeresen megismerkedtünk a VRK módszerével, nekiállhatunk megválaszolni a feladat elején feltett kérdést.

Az első vizsgálatunk során növényi mintákból (kakaóbab, kávébab, tealevél) próbáljuk meg kimutatni a xantin-alkaloidokat.

A kiadott 3 növényi minta egyforma méretű darabját (pl. egyetlen kávébabot) dörzsmozsárban porítsunk el, majd dörzsöljük el 2-3 ml 80%-os alkohollal. A sűrű keveréket (masszát) töltsük

át egy kémcsőbe, amit hőpuskával melegítsünk a forrás kezdetéig. Hagyjuk a szilárd részeket leülepedni, és az oldat tisztájából vigyünk fel egy mintát a vékonyréteg-lapra.

A moszarat mosogatószerrel tudja elmosogatni. Új használat előtt törölje szárazra!

Vigyázat! A hőlégfúvó nagyon forró levegőt fúj, mely könnyen okoz égési sérülést. A légsugár sose irányuljon saját maga, vagy más személy felé, sose fújjon éghető anyagra! A hőpuska közelében sem lehet gyúlékony anyag! A hőlégfúvó lerakásakor figyeljen arra, hogy a készülék fém fúvókája nagyon forró: ne érjen asztalhoz, emberhez, pláne a hálózati kábelhez. Bekapcsolt hőlégfúvót nem szabad felügyelet nélkül hagyni.

A hőlégfúvó használatát a gyakorlat kezdetekor megmutatja a vezető tanár. Ha bizonytalan a használatban, kérjen segítséget!

A korábbihoz hasonlóan jelölje meg a vékonyréteglap startvonalát.

A vékonyrétegre ne csak a 3 mintából nyert kivonatot, de a két keresett vegyület korábban előkészített mintáját is vigye fel.

Az előző eluens használatával fejlessze ki* a vékonyréteget, majd UV-lámpa alatt jelölje be a komponenseket.

Ha úgy érzi, nem sikerült az elválasztás, ismételje meg!

Milyen alkaloidokat sikerült a növényi mintákban azonosítania? Becsülje meg melyik tartalmaz az adott alkaloidból többet, melyik kevesebbet!

Hogyan látható a mennyiségi arány a vékonyrétegen?

Ha jól megfigyeli, a tea mintájánál UV fény nélkül is látható 3 halvány, jellegzetes színű folt, ami a többi minta esetén nem megfigyelhető. Milyen színűek ezek a foltok és mi az R_f értékük?

Honnan származhatnak ezek a színes anyagok?

*Szakkifejezés: egy kromatogram kifejlesztésén az elkészítést értjük. Szleng kifejezéssel "futtatást" mondunk. A kromatogram pedig maga a kész vékonyréteglemez, amin a komponensek már látszanak.

A harmadik részfeladatban feldolgozott termékekben (csokikban) vizsgáljuk az alkaloidok jelenlétét.

A kiadott mintákból (étcsoki, fehércsoki és tejszoki) a növényi mintákhoz hasonlóan készítsen kivonatot, és vizsgálja meg az alkaloidtartalmukat!

Mely csokik milyen alkaloidot tartalmaznak? Hasonlítsa össze az egyes termékeket!

A kísérleti eredményei alapján melyik állítás(ok) igaz(ak)?

- A fehércsoki nem tartalmaz xantin-alkaloidot.
- A fehércsoki nem tartalmaz ezzel a módszerrel kimutatható mennyiségű xantin-alkaloidot.
- A fehércsoki nem tartalmaz kakaót számottevő mennyiségben.
- Minden csoki tartalmaz VRK segítségével kimutatható mennyiségű koffeint.

Az alkaloid kioldása során miért alkalmaztunk melegítést? (Több választ is megjelölhet.)

- Mert magasabb hőmérsékleten az alkaloidok jobban oldódnak.
- Mert magasabb hőmérsékleten az alkaloidok gyorsabban kioldódnak.
- Mert szobahőmérsékleten az alkaloidok nem oldhatóak.
- Azért, hogy elroncsoljuk a cukrokat.
- Azért, hogy elroncsoljuk a zsírokat.

„Az étcsokoládé alkaloidokat tartalmaz, melyek közül többről megállapították, hogy jelentős központi idegrendszeri hatással is rendelkezik. Ezen eredmények alapján nem zárható ki, hogy a csokoládé az ősi legenda szerint rendelkezhet valamilyen afrodiziás hatással.”

(Kisböhönce blog, 2015. december)

A fenti idézetet a most elvégzett vizsgálatának eredményei...

- egyértelműen cáfolják.
- nem cáfolják, és van olyan állítása, amit megerősítenek.
- nem cáfolják, de egyetlen állítását sem erősítik meg.
- igazolják.

A munka végén a 3 részfeladathoz tartozó 3 vékonyréteglapra írja rá az azonosítóját, és tegye bele az asztalán található simítózáras zacskóba. A zacskóra is írja rá a kódját! Ha több vizsgálatot is végzett, csak az ön által legsikeresebbnek tartott lapokat adja be.

A beadott lapokra adott pontszám:
(a javító tölti ki)