



Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny Kémia II. kategória 3. forduló 1. feladat

Budapest, 2017. március 18.

Kurkuma oxálsavtartalmának meghatározása

A feladat elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen **120 perc** áll rendelkezésre. A munka megkezdése előtt **további 15 perc** áll rendelkezésre a feladatlap átolvasására és a munka megtervezésére. A kísérletezést csak **a 15 perc eltelte után** kezdheti meg. A kiadott eszközökön kívül csak íróeszköz és számológép használható. Az eszközöket szükség esetén többszöri használathoz el lehet mosogatni. A kódszámát minden lapra írja rá.

Az ázsiai konyha népszerűségének egyik oka az erős, markáns ízvilág, amit a nyugati szokásnál bátrabb fűszerhasználattal érnek el. Az élvezetekben való tobzódásnak azonban ára van: a fűszerek mérgező komponenseket is tartalmaznak, amik túlzott fűszerezés esetén egészségi problémákat okozhatnak. A kurkuma – az indiai konyha egyik alapfűszere – kiemelkedően sok oxálsavat tartalmaz. Mivel egyes fogásokhoz adagonként akár egy evőkanállal is elhasználnak ebből a fűszerből, számolni kell a negatív hatásokkal is. Az oxálsav a vizelettel ürül ki, ahol a jelenlévő Ca^{2+} -ionokkal kalcium-oxalát csapadék keletkezik, mely végül összeállva vesekövet, és akár fájdalmas halált is okozhat a falánk hedonistáknál.*

Ebben a feladatban a kurkuma oxálsavtartalmát fogjuk megmérni.

Az oxálsavat hagyományosan permanganometriás titrálással határozzák meg, az alábbi kiegészítendő egyenlet alapján:



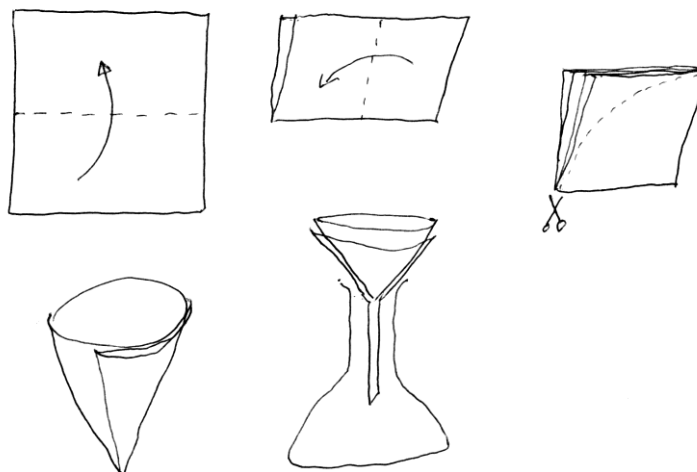
Az oxálsav és a permanganátionok közötti reakció kezdetben lassú, majd a titrálás előrehaladtával egyre gyorsabb, ugyanis a keletkező Mn^{2+} -ionok katalizálják a folyamatot. Ezért a titrálást melegen végzik, és már az elején adnak hozzá Mn^{2+} -t, katalizátorként

* A kurkuma a *Curcuma longa* trópusi növény gyömbérré hajazó gyöktörzsének szárított, porrá tört formája. Erős sárga színe (ételfestékként is használják), és karakteres, gyömbérré-borsra emlékeztető íze van. Újabban a természetgyógyászok használják ízületi bántalmak kezelésére is.

A kurkuma természetesen számos olyan anyagot is tartalmaz az oxálsav mellett, ami reagálna a permanganáttal, ezért egy olyan extrakciós (kivonatkészítési) eljárást kell alkalmaznunk, aminek a végén tiszta formában el tudjuk különíteni az oxálsavat, hogy megtitrálhassuk. Az extrakció első lépésében a kurkumát vízzel rázogatjuk. Ilyenkor feloldódik a vízben jól oldható oxálsav, de számos, vízben oldhatatlan komponens (zsírok, olajok, szerves illatanyagok stb.) hátramaradnak. A szilárd részek kiszűrése után egy olyan oldatot kapunk, ami tartalmazza a minta oxálsavtartalmát, és persze még számos más komponenst is.

A következő lépésben az oxálsavat CaCl_2 -dal kalcium-oxalát csapadékká alakítjuk. Ilyenkor a legtöbb szennyező komponens oldatban marad. A kalcium-oxalátot szűréssel elválasztjuk, majd 20%-os kénsavban feloldjuk, és permanganátoldattal titráljuk.

A minta-előkészítés során többször is alkalmazott szűrést úgy végezzük, hogy az oldat (úgynevezett „anyalúg”) felfogására szolgáló Erlenmeyer-lombik szájába beleteszünk egy kisméretű üvegtölcsért. A tölcserbe szűrőpapír kúpot helyezünk, amit egy négyzet alakú lapból készítünk el úgy, hogy a lapot kétszer félbehajtjuk, majd ollóval a nyitott oldalaknál negyedkör alakúra levágjuk. A négyrészt hajtott papírt úgy nyitjuk ki, hogy egy zárt kúpot kapjunk, amit a tölcserbe helyezünk az alábbi ábra szerint:



Nem baj, ha esetleg a papír 0,5 cm-t túlnyúlik a tölcser peremén. Öntsük a szürendő csapadékos oldatot a tölcserbe. A szilárd anyagot is felvisszük a szűrőpapírra. Az edényt és a szűrőn levő anyagot is mossuk az oldószerrel. A szűrést addig végezzük, amíg 30 másodperc alatt sem jelenik meg újabb csepp a tölcser szárának a végén. A szűrést a végén gyorsíthatjuk, ha csipesszel (vagy gumikesztyűs kézzel) a papír két oldalát egymásra hajtjuk, és a papír két felét egymásra simítjuk:



A használt szűrőpapírt ne rakosgassuk, egyből dobjuk ki a kukába!

A titrálás során a melegítésre hőlégfűvőt („hőpuskát”) fog használni. **Vigyázat! A hőlégfűvő 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 nem lehet gyúlékony anyag! A hőlégfűvő lerakásakor figyeljen arra, hogy a készülék fém fűvókája nagyon forró: ne érjen asztalhoz, emberhez, pláne a hálózati kábelhez. A hőlégfűvő használatát a gyakorlat kezdetekor megmutatja a vezető tanár. Ha bizonytalan a használatban, kérjen segítséget!**

Minta-előkészítés

Mérjük ki egy Erlenmeyer-lombikba 1-1,5 g kurkumát **0,001 g pontossággal**. Ez kb. két nagyobb kanálvég. Ezt a fajta bemérést „körülbelül-de-pontosan” eljárásnak hívják. Nem egy adott mennyiséget kell kimérni, hanem egy tartományon belül bármennyit, de a kimért tömeget **pontosan ismernünk kell**.

- 1) Öntsünk a kurkumára 10 ml desztvizet, és időnként rázogatva hagyjuk állni minimum **15 percig**. (Természetesen a kioldódási idő alatt végezhetünk más feladatot!)
- 2) Egy tiszta Erlenmeyer-lombikba helyezünk egy tölcsért és szűrőpapírt, és öntsük rá a vizes kurkumakivonatot.
- 3) 3 perc elteltével mossuk meg a szűrőn maradt, fel nem oldódott anyagot további 5 ml vízzel úgy, hogy öntsük a vizet a kioldásra használt lombikba, öblítsük végig a lombik falát, és ezt az oldatot öntsük a szűrőre.
- 4) A mosást ismételjük meg újabb 3 perc múlva.
- 5) Várjuk meg, míg nem csepeg le több oldat a szűrőről. A szűrést gyorsíthatjuk úgy, hogy a szűrőpapír egyik oldalát ráhajtjuk a másikra, és finoman megnyomkodjuk (csipesszel). Igyekezzünk minél alaposabban kinyerni az oldatot a kurkuma maradékaról.
- 6) Dobjuk ki a kurkuma maradékát tartalmazó szűrőpapírt, öblítsük el és tegyük félre a tölcsért.
- 7) A lecsepegett vizes oldathoz (anyalúghoz) adjunk **1 ml 1 M CaCl₂**-oldatot. Pár másodperc alatt jól látható kristályok keletkeznek. Várjunk legalább egy percet, hogy nagyméretű, könnyen szűrhető kristályok keletkezzenek.
- 8) Készítsünk egy újabb szűrőpapírt. (Mivel a második szűrésnél nem az anyalúgot, hanem a szűrőn maradó anyagot fogjuk használni, a lecsöpögő oldatot gyűjthetjük az első lépésben a kurkuma oldására szolgáló lombikba is.)
- 9) Öntsük a CaCl₂-os csapadékos oldatot a szűrőre!
- 10) A 3. ponthoz hasonlóan mossuk meg **kétszer** 5 ml vízzel a csapadékot a szűrőn. A mosásokat használjuk arra, hogy a lombikból a csapadék teljes mennyiségét a szűrőre juttassuk.
- 11) Ha már nincs folyadék a szűrőpapíron, akkor helyezzük át a tölcsért arra a **tiszta** Erlenmeyer-lombikra, amiben a titrálást fogjuk végezni.
- 12) A szűrőről a kalcium-oxalátot 20%-os kénsav segítségével fogjuk leoldani. A kénsavat műanyag cseppentővel adagoljuk. Használja a cseppentő ml osztását! Három részletben 3-3 ml kénsavat fogunk használni. A következő részletet mindig akkor adagoljuk, amikor az előző részlet már lecsöpögött. Érdemes a csapadék feloldódását segíteni pl. úgy, hogy egy műanyag pipetta segítségével a kénsavat a szűrőn kevergetjük, mozgatjuk, felszívjuk-visszanyomjuk. **Vigyázzunk, nehogy kiszakadjon a papír! A kénsav maró, vigyázzunk! Ne fröcsögjön szét!**
- 13) A szűrés befejezése után a kénsavas szűrőpapír kidobását különösen óvatosan végezzük. A kénsavcseppek a ruhán betöményednek, és menthetetlenül lyukat marnak a szövetbe. Tehát a szűrőpapírt csipesszel csöpögésmentesen helyezzük egy főzőpohárba, és a pohárral együtt vigyük el a szemetesig.

Titrálás

Az oldatot nem bürettával fogjuk megtitrálni, hanem tömegmérés segítségével. Töltsünk egy főzőpohárba mérőoldatot, és helyezünk bele egy műanyag pipettát. Mérjük meg a pohár, a mérőoldat és a pipetta együttes tömegét (0,001 g pontossággal). A titrálás során a cseppentővel adagoljuk a titráló lombikba a mérőoldatot. Vigyázzunk, ne csepegjen el a mérőoldat! A titráló lombikot közben folyamatosan kézzel körkörösén forgatva keverjük. A permanganát feleslegét (a mérés végpontját) nem indikátor fogja jelezni, hanem a permanganát saját intenzív színe. A végpontban az oldat halvány rózsaszínű **(a színnek 10 másodpercig meg kell maradnia)**.

Az ekvivalenciapont elérése után ismét lemérjük a főzőpohár, a maradék mérőoldat és a cseppentő együttes tömegét. A tömegkülönbség adja a fogyott mérőoldat **tömegét** (tehát itt nem térfogatot mérünk).

A mérőoldat 0,3161 m/m%-os KMnO_4 -oldat.

A mérés megkezdése előtt adjunk a lombik tartalmához 1 ml 1 M MnSO_4 -oldatot, az oxidáció katalízise érdekében.

Egy hőlégfúvó segítségével melegítsük fel a lombik tartalmát kb. 50 °C-ra (kellemes „forró fürdővíz” hőmérséklet). Ezen a hőmérsékleten az átcsapás jóval gyorsabban történik, könnyebb, gyorsabb a titrálás. **A hőlégfúvó használatát a gyakorlat elején bemutatják!**

Annyi mérést végezzen, amennyit szükségesnek ítél. Mivel a minta-előkészítés sok időt vesz igénybe, érdemes párhuzamosan több kioldást is elindítani. **Tervezze meg a munkáját!**

A bonyolult előkészületek miatt ennek a mérésnek jóval kisebb a pontossága, mint a „hagyományos”, pl. acidi-alkalimetriás titrálásoknál megszokott 0,5%, ezt vegye figyelembe a párhuzamos mérések során.

Adja meg a fogyásait!

Bemért kurkuma tömege (g)	Mérőoldat + pohár + cseppentő	
	tömege mérés előtt (g)	tömege mérés után (g)

A további számítások során használt átlagfogyás:

g mérőoldat / g kurkuma

Számolja ki a kurkumaminta oxálsavtartalmát tömegszázalékban!

A kurkuma oxálsav- tartalma:	$m/m\%$

A legfrissebb kutatási eredmények alapján vesekőre hajlamos személyek esetén a napi oxálsavbevitelt 50 mg alatt kell tartani.

Mérési eredménye alapján jelent-e valós veszélyt a távol-keleti konyha fűszerhasználata (adagonként akár 10-20 g kurkuma) a kockázatos csoportba tartozó személyeknél? Válaszát indokolja!

--

A permanganometriás mérésekben a reakcióelegyhez általában kénsavat adunk.

Itt erre miért nincs szükség?

Ha a kalcium-oxalát-csapadékot nem mossuk ki eléggé alaposan, akkor a mintában maradó kloridionok hibát okozhatnak a mérésnél.

Írja le a zavaró reakció egyenletét!

Ez a hiba a valósnál alacsonyabb vagy magasabb oxálsavtartalmat eredményez?

- A hiba a valósnál alacsonyabb oxálsavtartalmat eredményez.
- A hiba a valósnál magasabb oxálsavtartalmat eredményez.

A fahéj a kurkumához hasonlóan magas oxálsavtartalommal rendelkezik, de a fűszernövény magas kalciumtartalma miatt az oxálsav jelentős része kalcium-oxalát formában fordul elő. *Hogyan kell módosítani a mérési eljárást ahhoz, hogy a fahéj teljes oxálsavtartalma is mérhető legyen?*

- Nem szükséges az eljárás módosítani
- Az első kioldási lépésben 20%-os kénsavat kell használni, a többi részlet változatlan
- Az első kioldási lépésben 2 M sósavat kell használni, a többi részlet változatlan
- Az első kioldási lépésben 2 M NaOH-oldatot kell használni, a többi részlet változatlan
- Az első kioldási lépésben 20%-os kénsavat kell használni, és az 1 ml CaCl_2 -oldat hozzáadása előtt az oldatot semlegesíteni kell
- Az első kioldási lépésben 2 M sósavat kell használni, és az 1 ml CaCl_2 -oldat hozzáadása előtt az oldatot semlegesíteni kell

A kalcium-oxalát feloldására nemcsak az erősen maró kénsavoldat használható, hanem – többek között – az ártalmatlan tejsav ($\text{CH}_3\text{-CHOH-COOH}$) is.

Helyettesíthetjük ebben a mérésben a kénsavat tejsavval? Válaszát indokolja!

A kulcskérdés a mérés során az, hogy sikerül-e a sok ezer komponensből álló kurkumaporból csak az oxálsavat elkülöníteni. A szelektivitást úgy érjük el, hogy több, egymás utáni lépésben csökkentjük a komponensek számát:

- csak a vízoldható anyagokat oldjuk ki a kurkumából;
- csak a CaCl_2 -dal csapadékot adó anyagokat szűrjük ki;
- csak a kénsavban oldódó kalciumvegyületeket oldjuk fel;
- végül csak a MnO_4^- -tal oxidálható anyagokat mérjük.

Az alábbi táblázatban felsoroltunk néhányat a kurkuma összetevői közül. Döntse el (és jelölje X-szel), hogy az adott komponens megtalálható-e a titráló lombikban, ill. hogy meghamisítja-e a mérési eredményt! Ha a mérés az adott szennyezőre szelektív (azaz nem befolyásolja a mérési eredményt), akkor írja be a táblázatba, hogy mi a szelektivitás oka. Példaként beírtuk az alaninra vonatkozó adatokat.

Kurkuma összetevője	Jelen van a titráló lombikban	Zavarja a mérést	A szelektivitás magyarázata
alanin aminosav	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Az alanin Ca-sója vízben oldódik.
szulfátion	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
glicerín-trisztearát („zsír”)	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
glicerín	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
sztearinsav [*]	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
olajsav [*]	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
kurkumin ^{**}	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

^{*} A zsírsavak vízoldhatósága 0,3-0,6 g/l között változik.

^{**} A kurkumin a kurkuma sárga színanyaga, egy polifenol-vegyület, E100 néven természetes ételfestékként használják. Még 0,1 µg/ml koncentrációban is intenzív sárgára színezi a vizet.



Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny
Kémia II. kategória
3. forduló
2. feladat

Budapest, 2017. március 18.

Ismeretlen oldatok azonosítása

A feladat elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen **90 perc** áll rendelkezésére.
A kiadott eszközökön kívül kizárólag íróeszköz használható.
Az eszközöket újrafelhasználás esetén szükség szerinti alaposan mosogassa el!

Az asztalon található:

- 1 db kémcsőállvány
- 8 db számozott kémcső az ismeretlenekkel
- 16 db üres kémcső
- 8 db műanyag Pasteur-pipetta
- 8 db műanyag spatula
- desztillált víz
- pH-papír

A kiadott 8 számozott kémcső az alábbi vegyületekből tartalmaz egyet-egyet szilárd por formájában.

- bárium-peroxid (BaO_2)
- bárium-klorid-dihidrát ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- kristálysóda ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
- nátrium-perkarbonát ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1,5\text{H}_2\text{O}_2$)
- kálium-jodid (KI)
- kálium-hidrogén-szulfát (KHSO_4)
- kálium-szulfát (K_2SO_4)
- citromsav (2-hidroxi-propán-1,2,3-trikarbonsav)

A rendelkezésre álló anyagok és eszközök felhasználásával azonosítsa az ismeretleneket!

Rajzolja fel a citromsav szerkezeti képletét!

Az oxidálószer hatására a jodidionokból jód képződik.

Írja fel az ismeretlenek között található oxidálószer segítségével a jód keletkezésének rendezett ionegyenletét!

A vizes oldatban keletkező jód komplexiont képez jodidionokkal.

Írja fel a lejátszódó folyamat ionegyenletét!

Milyen színű a komplexion?

Milyen kémhatás mellett látható ez a szín?

- savas
- lúgos

Milyen kémiai reakcióval magyarázható, ha valamelyik pH-tartományban nem tapasztalunk színreakciót? Adja meg a reakció ionegyenletét!

Az alábbi táblázatban tüntesse fel, hogy melyik kémcső melyik anyagot tartalmazza!

bárium-peroxid	
bárium-klorid-dihidrát	
kristálysóda	
nátrium-perkarbonát	
kálium-jodid	
kálium-hidrogén-szulfát	
kálium-szulfát	
citromsav	

Mely reakció(k), változás(ok), illetve észlelet(ek) segítségével tudjuk egyértelműen azonosítani az egyes vegyületeket az analízis során?

(Ha valamelyik rész megválaszolásához kevés a hely, külön lapon lehet folytatni. Ebben az esetben a táblázat F oszlopában *-gal jelezze, hogy máshol folytatódik a válasz!)

F		Reakció/Változás/Észlelet
	bárium-peroxid	
	bárium-klorid-dihidrát	
	kristálysóda	
	nátrium-perkarbonát	
	kálium-jodid	
	kálium-hidrogén-szulfát	
	kálium-szulfát	
	citromsav	