



Laboratóriumi gyakorlat kémia OKTV I. kategória Budapest, 2008. április 12.

A feladathoz kérdések társulnak, amelyek külön lapon vannak, a válaszokat erre a lapra kérjük megadni. A feladat megkezdése előtt kérem, figyelmesen olvassa el a teljes leírást, és ennek megfelelően értelemszerűen szervezze munkáját a rendelkezésre álló idő figyelembe vételével.

A feladathoz a megadott eszközökön kívül más eszközöket nem biztosítunk, és a rendelkezésre álló idő sem hosszabbítható!

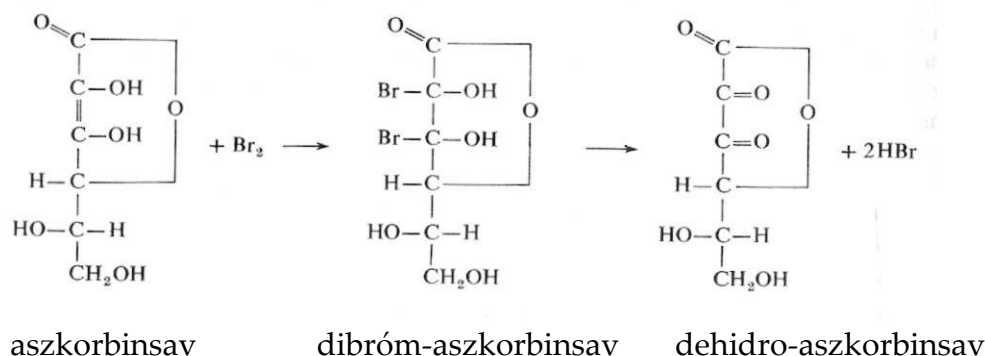
Párhuzamos mérések elvégzését javasoljuk.

C-vitamin és vas(II)-szulfát meghatározása egymás mellett

A vitamin készítmények a C-vitamin mellett gyakran tartalmaznak vas(II)-sót is, így szükséges egymás jelenlétben történő meghatározásuk.

A mérés elve:

Az aszkorbinsav oxidálószerrel, így brómmal is, dehidroaszkorbinsavvá oxidálható. A bróm az aszkorbinsavhoz savanyú közegben addíciós reakcióban pillanatszerűen kötődik, ami a kettőskötés felszakadását eredményezi. A meghatározás alapjául szolgáló brómaddíciót követi egy elhúzódozó hidrogén-bromid leszakadás, azaz a dehidroaszkorbinsav (a reakció végterméke) keletkezése:



A reakcióhoz szükséges brómot a bromát-mérőoldat és a feleslegben alkalmazott bromid-ion közötti reakció szolgáltatja. Természetesen a mérést zavarja minden olyan anyag amelyet a bróm képes oxidálni, a bróm pedig közismerten erős oxidálószer!

A C-vitamin mellett más oxidálható komponenst (pl.: acetilszalicilsav, vas(II)-szulfát, stb.) tartalmazó minta esetén az aszkorbinsavat nem mérhetjük közvetlenül bromatometriásan. Ilyen készítményekben az aszkorbinsav tartalmat vas (III)-klorid mérőoldattal titrálhatjuk meg.

Az eljárás leírása:

A kiadott mintából 100,0 cm³ törzsoldatot készítünk (deszt. vízzel), és homogenizáljuk.

„A” mérés

A törzsoldatból 10,00 cm³-t 100 cm³-es titrálólombikba pipetázunk, 10 cm³ 1 mol/dm³-es kénsavoldattal megsavanyítjuk, térfogatát 40 cm³-re kiegészítjük desztillált vízzel, majd 0,5 g kálium-bromidot és 2 csepp p-etoxi-krizoidin indikátort adunk hozzá. 0,01667 mol/dm³ koncentrációjú kálium-bromát-mérőoldattal a vörös szín eltűnéséig (halványsárga lesz az oldat) titráljuk. A végpont közelében a mérőoldatot lassan, cseppenként adagoljuk.

”B” mérés

A törzsoldat 10,00 cm³-ét 100 cm³-es titráló lombikba pipetázzuk, 5 cm³ 2 mol/dm³-es HCl-val megsavanyítjuk, térfogatát 50 cm³-re egészítjük ki majd az oldatokat kb. 60 °C-ra melegítjük, Variaminkék indikátort adunk a meleg oldathoz és 0,1000 mol/dm³-es vas(III)-klorid mérőoldattal titráljuk, míg az oldat színe vöröses ibolyára változik. (Az indikátor színe néhány perc múlva eltűnik.)

$M(\text{vas(II) szulfát}) = 278,02 \text{ g/mol}$ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

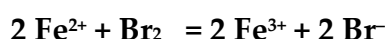
$M(\text{aszkorbinsav}) = 176,12 \text{ g/mol}$

Válaszlap

Minta szám:

Pontszám:

Írja fel a reakcióegyenleteket:



Fogyások "A" mérésnél:

Átlagfogyás: F_1 (cm³-ben)

Fogyások „B” mérésnél:

Átlagfogyás: F_2 (cm³-ben)

Az aszkorbinsav anyagmennyiségének kiszámítása a kapott mintában:

A „B” mérésben csak az aszkorbinsavat mérjük.

A vas(III)-klorid mérőoldat koncentrációja 0,1000 mol/dm³

*10,00 cm³ minta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása során a fogyás F_2
 F_2 cm³ vas(III)-klorid $0,1000 \cdot F_2$ mmol vas(III)-at tartalmaz, ami feles ennyi
aszkorbinsavval reagál: $0,05000 \cdot F_2$ mmol. 100,0 cm³ törzsoldat ennek 10-
szeresét tartalmazza.*

A kapott minta aszkorbinsav tartalma: $F_2/2$ mmol

A kapott minta aszkorbinsav tartalma: $0,08806F_2$ g

Mérési pontosság max. 8 pont, számolás 2,5 pont

A vas(II)-ion anyagmennyiségének kiszámítása a kapott mintában:

Az „A” mérésben együtt mérjük az aszkorbinsavat és a vasat.

A bromát mérőoldat koncentrációja $0,01667 \text{ mol/dm}^3$

$F_1 \text{ cm}^3$ bromát $0,01667 \cdot F_1 \text{ mmol}$ bromátot tartalmaz,

amiből $0,05000 \cdot F_1 \text{ mmol}$ bróm keletkezik. $10,00 \text{ cm}^3$ minta aszkorbinsav tartalma $0,05000 \cdot F_2 \text{ mmol}$, ami ugyanennyi brómmal reagál. A többi bróm, amely $(0,05000 \cdot F_1 - 0,05000 \cdot F_2) \text{ mmol}$ a vas(II)-vel reagál. Az elreagált vas(II) anyagmennyisége $(0,10000 \cdot F_1 - 0,1000 \cdot F_2) \text{ mmol}$, azaz $0,1000(F_1 - F_2)$

$100,0 \text{ cm}^3$ törzsoldat ennek tízszeresét tartalmazza.

A kapott minta vas(II) szulfát-tartalma: $F_1 - F_2 \text{ mmol}$

A kapott minta vas(II)-szulfát-tartalma: $0,27802(F_1 - F_2) \text{ g}$

Mérési pontosság max. 9 pont, számolás 3,5 pont

Az „A” titrálásnál hány cm^3 mérőoldat fogyásnál volt megtitrálva az aszkorbinsav fele.

Amíg van aszkorbinsav az oldatban a bróm mellett a keletkezett vas(III) elfogy az aszkorbinsav titrálására és visszaalakul vas(II)-vé.

$10,00 \text{ cm}^3$ minta aszkorbinsav-tartalma $0,05000F_2 \text{ mmol}$, amely ugyanakkora anyagmennyiségű brómmal reagál, ami harmad annyi anyagmennyiségű bromátból keletkezik: $0,01667F_2 \text{ mmol}$.

A bromát-mérőoldat térfogata az összes aszkorbinsav megtitrálásánál: $V = n/c = F_2 \text{ cm}^3$.

Az aszkorbinsav 50,0%-a volt megtitrálva: $F_2/2 \text{ cm}^3$ fogyásnál.

Számolás 4 pont

Az „A” titrálásnál hány cm^3 mérőoldat fogyásnál volt megtitrálva a vas(II)-szulfát fele.

Az aszkorbinsavra fogy $F_2 \text{ cm}^3$ bromát mérőoldat. *

A vas(II)-re fogy $(F_1 - F_2) \text{ cm}^3$ bromát mérőoldat.

A vas(II) felére fogy $0,5000(F_1 - F_2) \text{ cm}^3$ bromát mérőoldat. *

A két csillaggal jelölt fogyás összegénél van a vas 50,0%-a megtitrálva.

A vas(II)-szulfát 50,0%-a volt megtitrálva: $0,5000(F_1 - F_2) + F_2 \text{ cm}^3$ fogyásnál.

Nb: ugyan ide eljuthatunk egy egyszerű gondolattal: az első fogyás fele –ami mindkét komponens felét méri- plusz az előző részben kiszámolt fogyás, amely az aszkorbinsav felére esik.

Számolás 3 pont

2. feladatsor

A munka megkezdése előtt ide írd a kódodat!

1. feladat **Gaultheria olaj**

8 pont

Az Észak-Amerikában termő Gaultheria procumbens száraz leveleiből vízzel való lepárolás útján készítették a Gaultheria olajat. Szintelen, a levegőn megbarnuló, jellegzetes "orvosságzagú" folyadék. Szappanok, pomádék illatosítására használták.

Napjainkban a borsmenta olajat helyettesítik vele rágógumikban, cukorkákban. Érdekes, hogy a Gaultheria olajjal kezelt cukor dörzsölés hatására kéken világít (a jelenséget tribolumineszcenciának nevezik). A jelenség igencsak megnöveli az ilyen termékek (pl. "Life Savers" cukorka) forgalmát.

Kémiaailag a Gaultheria olaj tiszta metil-szalicilát, amit ebben a feladatban előállítunk.

Egy kémcsőben az előre kimért 1.50 g szalicilsavhoz adj 4 ml metil-alkoholt, és 0.5 ml tömény kénsavat (a kénsavat cseppentővel adagold). A kémcsövet időnként rázogatva melegítsd vízfürdőn 10 percig, majd vízcsap alatt hűtsd le! Öntsd az elegyet egy főzőpohárban lévő 35 ml 10%-os NaHCO₃-oldathoz, és üvegbottal alaposan keverd össze! Hagyd állni az elegyet 5 percig, időnként keverd meg! A külön fázist alkotó terméket pipettával gondosan szívd le, és töltsd egy száraz kémcsőbe, amire írd fel a kódodat! Írd fel a lejátszódó reakció egyenletét! (szalicilsav=2-hidroxi-benzol-karbonsav)



2 pont

Mi a kénsav szerepe a reakcióban?

Az észterképzés katalizátora.

1 pont

A kémiai reakció után az elegy nemcsak a várt terméket tartalmazza, hanem más komponenseket is. Mik ezek? Melyek oldódnak közülük NaHCO₃-oldatban?

Át nem alakult kiindulási anyagok (szalicilsav, metanol), kénsav. Mindegyik oldódik NaHCO₃-oldatban, az észter az extrakciót követően tiszta formában marad vissza.

3 pont

A termék minőségére kapott pontszám: (a javító tölti ki)

Min. 0.3g termék 2pont, kevesebb termék arányosan alacsonyabb pontszám.
Ha a termék sok vizet vagy szalicilsavat tartalmaz 0.5 pont levonás.

2 pont

2. feladat B₂ vitamin

6 pont

A riboflavin (B₂ vitamin) kulcsszerepet játszik szervezetünk energiatermelő folyamataiban. Az élénk sárga színű anyag olyan fontos vegyületek alkotórésze, mint pl. a FAD (multivitamin tabletták szedése esetén pedig ez festi zöldessárgára a vizeletet).

A riboflavin már igen kis mennyiségben is kimutatható, mivel fluoreszkál (ultraibolya fényvel megvilágítva látható fényt sugároz ki).

A szervezetben a riboflavin nem szabad formában, hanem fehérjékhez kötődve fordul elő. Érdekes, hogy a fehérjéhez kötött riboflavin már nem fluoreszkál.

Tegyél két kémcsőbe 4-4 ml tojásfehérje-oldatot, és egy kémcsőbe 4 ml desztvizet. Vizsgáld meg, hogy fluoreszkálnak-e az oldatok! (Tedd a kémcsövet az UV lámpa alá!)

Adj a második és harmadik kémcsőhöz 1-1 csepp riboflavin-oldatot! Vizsgáld meg a fluoreszcenciát!

Adj mindhárom kémcsőhöz 1-1 ml CuSO₄-oldatot. Ismét vizsgáld a fluoreszcenciát!

Tapasztalataidat összegezd:

Kezdetben egyik oldat sem fluoreszkál. A riboflavin hatására a desztvíz fluoreszkál, a tojásfehérje-oldat nem. A CuSO₄ hozzáadásakor a 2. és 3. kémcső is fluoreszkál, az első két kémcsőben koagulált fehérje látható.

2 pont

Egy tiszta kémcsőben 4 ml tojásfehérje-oldathoz adj cseppenként 6 csepp riboflavin-oldatot! Minden csepp után vizsgáld meg az oldat fluoreszcenciáját! Mit tapasztalsz?

kb. a 4. csepp után az oldat fluoreszkálni kezd.

1 pont

Az elvégzett **kísérletek alapján** válaszold meg az alábbi kérdéseket!

Igaz-e hogy:

- a riboflavin fluoreszcenciája rézionok jelenlétében kialszik;
- a tojásfehérje módszerünkkel kimutatható mennyiségben tartalmaz riboflavint;
- a riboflavin-kötő fehérje mennyisége riboflavinnal titrálható;
- rézionok hatására a tojásfehérje kicsapódik;
- a tojásfehérje tartalmaz riboflavint;
- a kicsapódott fehérje továbbra is kötött állapotban tartja a riboflavint?

	IGAZ	NEM IGAZ	Nem dönthető el
	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

6x0.5 pont

3. feladat Egy fura oldószer-elegy

6 pont

Kísérletünkben két "divatos" (általánosan használt) oldószert, metil-formiátot és pentánt keverünk össze. A kapott oldószer-elegy meglepő módon már nem igazán használható a mindennapokban.

Írd fel a metil-formiát és a pentán képletét!

H-CO-O-CH₃, CH₃-C₃H₆-CH₃

1 pont

Egy kémcsőbe rakj egy horzsakövet. (A horzsakő, amivel általában a forrást teszik egyenletessé, nem vesz részt a bekövetkező változásokban.) Önts a kémcsőbe 3-3 ml pentánt és metil-formiátot. Rázással keverd össze a kémcső tartalmát. Mit tapasztalsz?

Ujjal fogd be a kémcső száját 1-2 másodpercig, majd engedd el. Mit tapasztalsz?

Gondosan jegyezz fel minden jelenséget!

A két oldószer összekeverésekor forrásba jön. A kémcső szájának befogásával a forrás megszűnik, majd elengedve fokozott intenzitással újraindul. A kémcső közben érezhetően lehűl.

2 pont

Magyarázd meg a jelenséget!

Az oldószer-elegy forráspontja alacsonyabb, mint a tiszta oldószereké, és ez a forráspont a labor hőmérséklete alatti. Összekeveréskor az elegy ezért forrásba jön, a párolgáshőt a környezettől vonja el, ezért hűl. Ha a kémcsövet befogjuk, a nyomás addig nő, míg nagyobb lesz, mint az elegy tenziója; ekkor a forrás megszűnik.

2 pont

Lehetséges-e metil-formiát–pentán elegyet desztillációval szétválasztani? Miért?

Nem, hisz a két oldószer elegyének alacsonyabb a forráspontja, mint a tiszta oldószereké (ugyanúgy, mint a vizes etanol esetén).

Az a válasz, hogy nem, mert az elegy gáz nem elfogadható, hisz pl. a metán-etán elegyet is desztillációval tisztítják.

1 pont