



1. feladat

Dolomitminta összetételének meghatározása

A dolomit egy üledékes kőzet, melynek összetételét ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) egy francia természettudós Déodat Gratet de Dolomieu állapította meg 1791-ben, az olasz Alpokban végzett kísérletei során. (Mind a kőzet, mind az Alpok e része – a Dolomitok – a francia természettudósról kapta a nevét.) A természetben található kőzetek általában nem pontosan 1:1 arányban tartalmazzák a Ca^{2+} és Mg^{2+} ionokat, továbbá kis mennyiségben más ásványok (vasoxidok és szilikátok) is előfordulhatnak bennük. A dolomitot sokféleképpen hasznosítják: pl. súrolóporként, élelmiszer-adalékanyagként, építőanyagként, valamint a kohászatban salakképzőként. A dolomit felhasználhatóságát nagyban meghatározza a pontos összetétele, tisztasága. Ebben a feladatban egy dolomitpor ismeretlen összetételét fogjuk meghatározni.

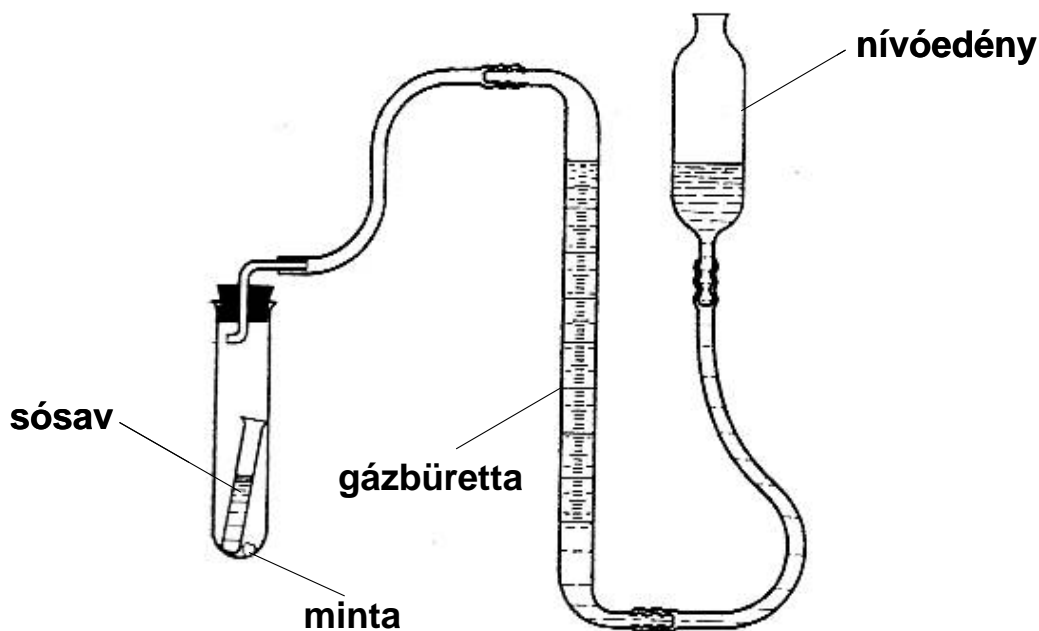
A feladat elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen 2 óra áll rendelkezésre. A kiadott eszközökön kívül kizárólag számológép használható. A sorszámmal ellátott és kitöltött válaszlapot, borítékba helyezve, a felügyelőnek kell leadni.

A feladat 2 részből áll. Abban az esetben, ha valaki nem tudja megoldani az első részfeladatot, akkor áttérhet a második részfeladatra!

1. Karbonát-tartalom meghatározása gázbürettás méréssel (10 pont)

A mérést egyszer kell elvégezni! A második mintát fel lehet használni újabb méréshez, ellenőrzésként. (Ebbe csak a feladat második részének elvégzése után érdemes belekezdeni.) Új mérés esetében a kémcsöveket alaposan mossuk át desztillált vízzel, majd csipeszt használva papírvattával töröljük szárazra! 2 pont levonása ellenében újabb porminta kérhető.

A mérést a következő készülékkel fogjuk végrehajtani:



A mérés menete:

- a) Szórjuk a kis főzőpohárban található, a gázbürettás méréshez kimért, homogenizált pormintát a gázbürettához tartozó nagy kémcsőbe! Ügyeljünk arra, hogy a főzőpohárban ne maradjon por! (Ha a főzőpohárban marad por, akkor a kiadott ecsetet lehet segítségül használni.)
- b) Töltsük meg háromnegyed részig 20%-os sósavval az egyik kis kémcsövet! Ügyeljünk, hogy a kis kémcső kívül ne legyen savas! (Ha sósav cseppen a kémcső külső falára, akkor először desztillált vízzel benedvesített papírvattával, majd száraz papírvattával töröljük meg alaposan!)
- c) Csipesz segítségével óvatosan helyezzük be a kis kémcsövet a nagy kémcsőbe! Vigyázzunk, hogy ki ne loccsanjon a sósav a porkeverékre!
- d) Forgató mozdulattal zárjuk le jól a nagy kémcsövet a gumidugóval, majd fogjuk be a nagy kémcsövet az állványba!
- e) Ellenőrizzük, hogy jól zár-e a készülék! Ezt úgy tehetjük meg, hogy a nívóedényt amennyire lehet, lejjebb eresztjük, majd ott rögzítjük. A víz ekkor picit lejjebb süllyed, majd megállapodik. Ha a vízszint megszakítás nélkül süllyed, akkor a készülék ereszt. Várjunk két percet! Ha a vízszint két perc alatt nem süllyed, akkor el lehet kezdeni a mérést. (Ha a készülék a második próbálkozásnál is eresztene, akkor hívjuk segítségül a laborban felügyelő oktatót!)
- f) A nívóedény mozgatásával *hozzuk egy magasságba a bürettában és a nívóedényben a víz szintjét*, majd olvassuk le a gáztérfogatot bürettán! (Ha a vízszint a 0 szint fölött lenne, vagy a 10 cm³-es beosztás alatt, akkor húzzuk ki a dugót, változtassuk meg megfelelően a nívóedény magasságát, majd térjünk vissza a d) ponthoz!)
- g) Fogjuk kézbe a nagy kémcsövet, döntsük meg úgy, hogy a sósav ráfolyjon a porra! Közben kézzel is fogjuk a dugót a kémcsőhöz, nehogy a fejlődő gáz kilője! Jól rázzuk össze! Ellenőrizzük, hogy a sósav nagy része kifolyt-e a kis kémcsőből, és teljesen benedvesítette-e a pormintát!
- h) A gázfejlődés befejeződésekor *hozzuk újra egy szintbe a két meniszkuszt*, majd olvassuk le a gáztérfogatot bürettán! *Ne késlekedjünk sokat a leolvasással!*
- i) A kiadott hőmérőn olvassuk le a labor hőmérsékletét! A laborban felügyelő oktatótól pedig kérdezzük meg a légnyomás értékét!

KÉRDÉSEK:

- 1A) Írjuk fel a lejátszódó reakció egyenletét!
- 1B) Számítsuk ki a minta karbonácion-tartalmát mg karbonácion / mg minta egységben!
- 1C) Magyarázzuk meg, hogy miért nem szabad sokat késlekedni a második térfogat leolvasással!
- 1D) Miért kell azonos magasságra hozni a két vízszintet?
- 1E) Mi lehet a fel nem oldódott anyag a mintában?

2. Kalcium- és magnéziumionok meghatározása (20 pont)

A kalcium- és magnéziumionok koncentrációját ebben a feladatban komplexometriás mérés segítségével fogjuk megállapítani. A komplexometria lényege az, hogy a fémionokat egy erős komplexképző segítségével titráljuk. Az egyik leggyakoribb komplexképző az etilén-diamin-tetraecetsav (EDTE), amely a fémekkel 1:1 arányú komplexet képez. A végpontot jelezheti egy olyan indikátor, amely egy – a titráló anyagnál gyengébb – komplexképző. Amikor a titráló anyag eléri a sztöchiometriásan megfelelő fémion-koncentrációt, akkor az kiszorítja komplexéből az indikátort. Amennyiben az indikátor szabadon és komplexében eltérő színű, akkor az átcsapás szemmel követhető.

A következő mérésnél azt használjuk ki, hogy a kalcium- és a magnéziumionok híg oldatában pH=12 mellett a kalciumionok mennyisége EDTE-mérőoldattal murexid indikátor mellett meghatározható.

A mérés menete:

- a) A 50 cm³-es Erlenmeyer lombikban található, homogenizált és titráláshoz kimért pormintát oldjuk fel az Erlenmeyer lombikban számított mennyiségű 1 mol/dm³-es sósavban! A sósav kb. 2,5-szeres feleslegben legyen! A 2,5-szeres felesleget az első részfeladat alapján számítsuk! Ha nem sikerült elvégezni az első feladatot, akkor tekintsük a mintát tiszta CaMg(CO₃)₂-nak, és erre számítsuk ki a szükséges sósav mennyiséget!
- b) Szűrjük át a lombik tartalmát egy másik 100 cm³-es Erlenmeyer lombikba! Ügyeljünk arra, hogy a szűrőpapírt jól öblítsük át desztillált vízzel!
- c) Készítsünk a feloldott mintából törzsoldatot 100 cm³-es mérőlombikban!
- d) Mérjük ki a törzsoldatból 3×10 cm³-t a titráló lombikokba, majd hígítsuk fel ezeket kb. 50 cm³-re!
- e) Beosztásos műanyag cseppentő segítségével adjunk az oldatokhoz kb. 1 cm³ 10%-os NaOH-oldatot! Ellenőrizzük pH papírral az oldat pH-ját! Ha szükséges, akkor adjunk még hozzá kevés NaOH-oldatot!
- f) Adjunk a mintákhoz késhegynyi (kb. 0,1 g) szilárd hígítású murexid indikátort!
- g) Titráljuk meg a mintákat színállandóságig 0,0100 mol/dm³-es EDTE-oldattal! (Átcsapás: rózsaszínből lilába.)

Megjegyzés: Savas oldatban a murexidet melegítéssel el lehetne bontani. Ha ezután a pH-t ammóniával 10-re állítanánk be, akkor az oldatban levő magnéziumionokat az EDTE-mérőoldattal meg lehetne mérni eriokrómfekete T indikátor mellett.

2 pont levonása ellenében új porminta kérhető.

KÉRDÉSEK:

- 2A) Hány cm^3 sósav kellett a minta oldásához?
- 2B) Mi lehet az oka annak, hogy csak a kalciumionokat mérjük a fenti körülmények között?
- 2C) Számítsuk ki az eredeti minta kalciumion-tartalmát $\text{mg Ca}^{2+} / \text{mg}$ minta egységben!
- 2D) Adjuk meg a minta CaCO_3 , MgCO_3 és szennyező összetételét m/m\% -ban!

MELLÉKLET

Eszközök és anyagok listája

Minden versenyzőnek:

2 db minta gázbürettás méréshez 25 cm³-es főzőpohárban
1 db minta titráláshoz 50 cm³-es Erlenmeyer-lombikban
1 db gázbüretta, nivóedény, dugóval, csövekkel összeszerelve, állványon összeszerelve
1 db nagy kémcső
1 db kis kémcső
1 db ecset
1 db csipesz
1 db 100 cm³-es Erlenmeyer-lombik
1 db 100 cm³-es főzőpohár
1 db tölcsér redős szűrőpapírral
1 db 25 cm³-es mérőhenger
1 db 100 cm³-es mérőlombik
1 db 10 cm³-es pipetta
1 db pipettalabda
1 db büretta állványon
1 db fehér csempe
3 db titráló lombik
1 db kistölcsér (mérőlombik töltéséhez)
1 db üvegbot
1 flaska desztillált víz
papírvatta
védőszemüveg
1 db feladatleírás (4 oldal) melléklettel (1 oldal)
1 db válaszlapon (2 oldal)
boríték
1 db 3 cm³-es cseppentő

150 cm³ 0,0100 M-os EDTE mérőoldat

Asztalonként:

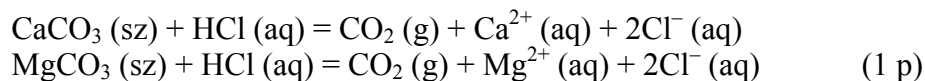
pH papír
1 db hőmérő
1 db 3 cm³-es cseppentő
1 mol/dm³-es sósav
10% NaOH-oldat
szilárd hígítású murexid indikátor
1 db kis spatula (indikátorhoz)

Fülkékben:

20%-os sósav

VÁLASZLAP (Megoldásokkal)

1A) Írjuk fel a lejátszódó reakció egyenletét!



1B) Számítsuk ki a minta karbonácion-tartalmát mg karbonácion / mg minta egységben!

1g mintára $V(\text{CO}_2) = 195,8 \text{ cm}^3$

3%-os hibán belül 5 pont. 8%-os hibán kívül 0 pont. 3% és 8% között arányosan.

p (101258 kPa) és T (297 K) ismeretében $m = M(\text{CO}_3^{2-})pV/RT$

karbonácion-tartalom: 0,481 mg karbonácion / mg minta (1 p)

1C) Magyarázzuk meg, hogy miért nem szabad sokat késlekedni a második térfogat leolvasással!

A CO_2 idővel oldódik a vízben, így kisebb térfogatot mérnénk. (1 p)

1D) Miért kell azonos magasságra hozni a két vízszintet?

Ekkor azonos a belső gáznyomás a külső nyomással. (1 p)

1E) Mi lehet a fel nem oldódott anyag a mintában?

Mivel a minta fehér volt, ezért vas-oxidokat nem tartalmazhatott. A szennyezés tehát oldhatatlan szilikátokból, SiO_2 -ből állt. (1 p)

2A) Hány cm³ sósav kellett a minta oldásához? (Számolás menete!)

$$V_{\text{sósav}} = (2 \times 2,5 n_{\text{minta, gázbürettához}} \times m_{\text{minta, titrálás}} / m_{\text{minta, gázbürettához}}) / c_{\text{sósav}}$$

1 g mintára számolva $V_{\text{sósav}} = 40,1 \text{ cm}^3$ (1 p)

2B) Mi lehet az oka annak, hogy csak a kalciumionokat mérjük a fenti körülmények között?

pH = 12-n a magnéziumionok $\text{Mg}(\text{OH})_2$ csapadék formájában vannak jelen, amit sem a murexid, sem az EDTE nem tud komplexbe vinni. (1 p)

2C) Számítsuk ki az eredeti minta kalciumion-tartalmát mg Ca²⁺ / mg minta egységben!

1g mintára $V_{\text{fogyás}} = 47,22 \text{ cm}^3$

2,5%-os hibán belül 15 pont. 7,5%-os hibán kívül 0 pont. 2,5% és 7,5% között arányosan.

$$m(\text{Ca}^{2+}) = M(\text{Ca}^{2+}) \times 10 \times V_{\text{fogyás}} \times c_{\text{EDTE}}$$

A kalciumion-tartalom 0,189 mg Ca²⁺ / mg minta (1 p)

2D) Adjuk meg a minta CaCO₃, MgCO₃ és szennyező összetételét m/m%-ban!

A CaCO₃ m/m%-os összetétele a titrálásból számítható. A gázbürettás mérésből a CaCO₃ és a MgCO₃ együtt. A bemért tömegeből a CaCO₃ és a MgCO₃ ismeretében a szennyezés.

A kiadott minta összetétele:

47,3 m/m% CaCO₃
27,9 m/m% MgCO₃
24,9 m/m% egyéb (szilikátok/SiO₂) (2 p)

2. feladat

A feladat elvégzésére 1,5 óra áll rendelkezésre. A feladat megoldásához csak a kiadott eszközök, vegyszerek, valamint számológép és toll használható. A kémcsöveket többszöri használathoz el lehet mosogatni. A verseny végén a feladatlap elvihető, csak a válaszlapot kell leadni. Minden lapon szerepeljen a versenyző sorszáma!

Az asztalon található:

1 db kémcsőállvány (16 helyes)

4 db kémcső a reagensoldatokkal (R1–R4)

6 db kémcső az ismeretlenekkel (I1–I6)

9 db Pasteur-pipetta

1 db gumi pipettavég

pH-papír

desztillált víz

Ellenőrizd, hogy minden felsorolt eszköz és anyag megtalálható-e, ha bármi hiányozna, azonnal szólj a felügyelőnek!

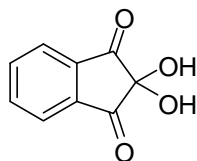
Az állványban lévő kémcsövekben a következő reagensok találhatóak (valamilyen sorrendben): ninhidrin, Br₂-os víz, DNP-reagens, FeCl₃. Ismeretlen mintaként a következő vegyületek vizes, illetve vizes-etanolos oldata található: fenol, hangyasav, szalicilaldehid (2-hidroxi-benzaldehid), valamint a trietil-amin, dimetil-amin, glicin, acetilaceton (pentán-2,4-dion) közül három.

A reagensok és ismeretlenek közötti reakciók, valamint a pH-papír segítségével azonosítsd a reagenseket és az ismeretleneket!

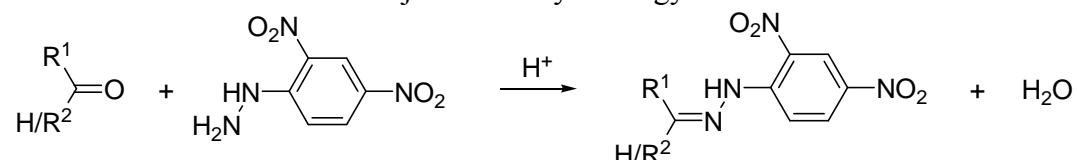
A **ninhidrinreagens** (ninhidrin etanolos ecetsavas oldata) segítségével primer és szekunder aminokat lehet kimutatni. Primer aminokkal kék-lila színreakciót ad, míg szekunder aminokkal narancsos-vöröses színt. A teszt elvégzésekor a reagenst és a ismeretlent összeöntjük, majd 1–2 perc várakozás után megvizsgáljuk az oldat színét.

A terciér aminok nem adnak színreakciót, de általában oldatuk kis mennyiségű szekunder amin is tartalmaz, ezért enyhén sárga színt tapasztalunk a próba során.

A ninhidrin (triketo-hidrindén-hidrát) szerkezeti képlete:



A **DNP-reagens** (2,4-dinitro-fenilhidrazin etanolos kénsavas oldata) oxovegyületek szelektív kimutatására használható. A lejátszódó folyamat egyenlete:



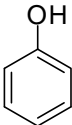

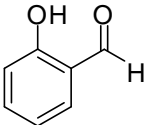
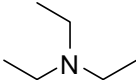

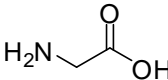
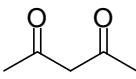
A próba elvégzéséhez azonos mennyiségű reagenst és ismeretlent öntünk össze. Pozitív próbát jelent, ha azonnal nagy mennyiségű sárga-vörös csapadék válik le (az opálosodó oldat nem jelent pozitív próbát; bázikus közegben a 2,4-dinitro-fenilhidrazin rosszul oldódik, kicsapódhat, a kristályok sötétvörös színűk).

A **brómos víz** reagál többszörös kötést tartalmazó vegyületekkel addíciós, aromás vegyületekkel szubsztitúciós reakcióban, a könnyen oxidálható csoportokat pedig oxidálja. Az aminosokkal lejátszódó reakció megismeréséhez érdemes előkísérletet végezni: az asztalon található reagens nátrium-hidroxid és ammónia oldatot reagáltassuk brómos vízzel.

A **vas(III)-klorid** általában színes komplexet képez oxigén donorú vegyületekkel.

VÁLASZLAP (Megoldásokkal)

1. Rajzold fel a megnevezett vegyületek szerkezeti képletét!

Fenol	
Hangyasav	
Szalicilaldehid	
Trietil-amin	
Dimetil-amin	
Glicin	 (az ikerionos képlet is teljes pontszámmal elfogadható)
Acetilaceton	 (a tautomer enol képlet is teljes pontszámmal elfogadható)

3,5 pont	pont
----------	------

2. Milyen az aminok rendősége? A helyes választ jelöld X-szel!

	primer	szekunder	tercier	kvaterner
Trietil-amin	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Dimetil-amin	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Glicin	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

(Egy rossz válasz esetén 0 pont jár)

0,25 pont	pont
-----------	------

3. Milyen az egyes vegyületek oldatának kémhatása?

	savas	semleges	bázikus
Fenol	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Hangyasav	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Szalicilaldehid*	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Trietil-amin	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Dimetil-amin	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Glicin*	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Acetilaceton	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

(A *-al jelölt esetekben a két megoldás közül bármelyik teljes pontszámmal elfogadható.)

1,75 pont	pont
-----------	------

4. Melyik esetben vársz észlelhető változást? Ahol változást vársz, tegyél egy X-et!

	Ninhidrin	Br ₂ -os víz	DNP-reagens	FeCl ₃
Fenol	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Hangyasav	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> *
Szalicilaldehid	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Trietil-amin	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/> *	<input checked="" type="checkbox"/>
Dimetil-amin	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/> *	<input checked="" type="checkbox"/>
Glicin	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/> *
Acetilaceton	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/> *	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

(A *-al jelölt esetekben a két megoldás közül bármelyik teljes pontszámmal elfogadható.)

Hibás jelölésért, illetve be nem jelölésért -0,5 pont jár. A feladatra összesen 0 pontnál kevesebb pont nem kapható.)

4 pont	pont
--------	------

5. Melyik kémcsőben melyik reagens van?

Ninhidrin	R	1
Br ₂ -os víz	R	3
DNP-reagens	R	2
FeCl ₃	R	4

(A reagentek sorrendje minden versenyzőnél ugyanaz volt.)

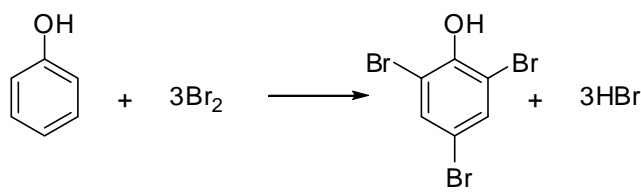
3 pont	pont
--------	------

6. Melyik kémcsőben melyik ismeretlen van? (Amelyik ismeretlent nem adtuk ki, ahhoz tegyél X-et!)

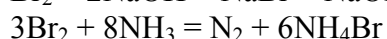
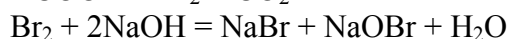
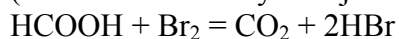
Fenol	I		
Hangyasav	I		
Szalicilaldehid	I		
Trietil-amin	I		<input type="checkbox"/>
Dimetil-amin	I		<input checked="" type="checkbox"/>
Glicin	I		<input type="checkbox"/>
Acetilaceton	I		<input type="checkbox"/>

6 pont	pont
--------	------

7. Írd fel a fenol, a hangyasav, a nátrium-hidroxid és az ammónia brómmal lejátszódó reakcióját!



(a szubsztitúció tényének jelölése, illetve a tetrabróm-származék is elfogadható)



(1 vagy 2 helyes egyenlet 0,5 pont; 3 helyes egyenlet 1 pont, 4 helyes egyenlet 1,5 pont)

1,5 pont	pont
----------	------

8. Egyéb észlelések, magyarázatok, megjegyzések:

Az acetilaceton is elszínteleníti a brómos vizet (szubsztitúció).

Az aminok elszíntelenítik a brómos vizet (oxidáció).

Az aminok oldataiban leválik a vas(III)-hidroxid.

A ninhidrin narancsárga csapadékot ad a DNP-vel.

A hangyasav nem ad színreakciót vas(III)-kloriddal.

A glicin komplexet képez a vas(III)-kloriddal.

Az acetilaceton komplexet képez a vas(III)-kloriddal.

Egy lehetséges út az ismeretlenek azonosításához:

- 1) A ninhidrireagenst ismerjük, segítségével a DNP-reagnes megtalálható.
- 2) Az ismeretlenek közül a kémhatása alapján a hangyasav (erősen savas) és a trietil-amint (erősen bázikus) kiválasztható.
- 3) A hangyasav segítségével azonosítható a reagensek közül a brómos víz.
- 4) Az ismeretlenek közül a ninhidrinnel azonosítható a glicin. (Dimetil-amint ismeretlenként nem kapnak a versenyzők. A glicint bizonyítja a gyengén savas kémhatás és a pozitív ninhidrin próba.)
- 5) A DNP-reagens és a FeCl₃-oldat reakciót ad az acetilaceton és a szalicilaldehid.
- 6) A brómos víz és a FeCl₃-oldat reakciót ad a fenol és a szalicilaldehid.

Összesen

20 pont	pont
---------	------