

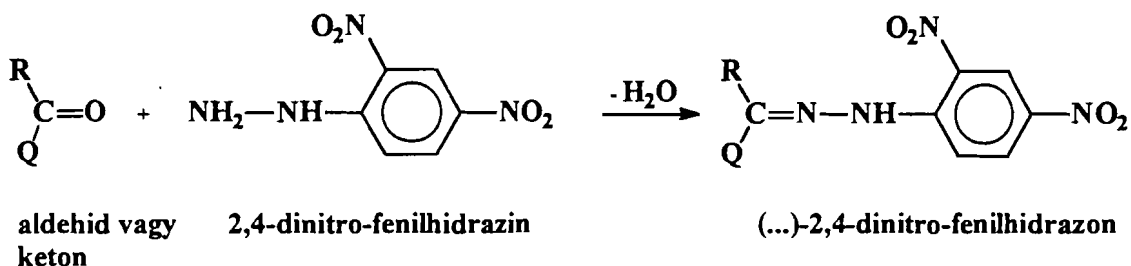
# 1994/95. évi Kémiai OKTV harmadik, gyakorlati forduló

## 1995. április 22. 11:00

### 1. feladat: Egy oxo-vegyület azonosítása

A kémikusok, a kémia fejlődésének sok évszázada alatt, a vegyületek anyagi minőségének meghatározására, azonosítására számos módszert dolgoztak ki. Az egyik legegyszerűbb, és a gyakorló vegyészek által is gyakran alkalmazott lehetőség, a vegyület olvadáspontjának meghatározása. E módszerek persze természetes korlátja az, hogy a vizsgált anyagnak szilárd halmazállapotúnak, kristályosnak kell lennie. Sokszor azonban még a folyadékok is azonosíthatók olvadáspont méréssel, ha előzőleg olyan származékot készítünk belőlük amelyek jól kristályosodnak. A módszer különösen jól használható akkor, ha a vegyületcsaládon belül a származékok olvadáspontja (továbbiakban: Op), a kiindulási vegyülettől függően széles hőmérséklet határok között változik.

Egy ilyen lehetőség az oxo-vegyületek (aldehidek és ketonok) valamint a 2,4-dinitro-fenilhidrazin (a továbbiakban: DNPH) között lejátszódó kondenzációs folyamat:



A feladat egy ismeretlen oxovegyület azonosítása:

- ① a reagens elkészítése
- ② származékkészítés
- ③ Op. meghatározás
- ④ táblázat segítségével azonosítás

*Rendelkezésre álló anyagok:* DNPH, 96%-os alkohol, cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, reagens brómos víz, ismeretlen vegyület.

*Rendelkezésre álló eszközök:* 25ml-es, 50ml-es erlenmeyer lombik, üvegbot, szűrőberendezés, Pasteur pipetta, 10ml-es mérőhenger, 25ml-es mérőhenger, kristályosító tál (hűtéshez), üres kémcsövek, Op. cső, ejtőcső, hőmérő, gumigyűrű, olajfürdő, rezsó, csempe, gumikesztyű, védőálarc.

**FIGYELEM:** A gyakorlati munka megkezdésétől kezdve a ② rész (származék előállítása) befejezéséig a védőálarc és a gumikesztyű folyamatos viselése kötelező, amit a felügyelő tanárok ellenőriznek. Ezen utasítás megszegése - egy figyelmeztetés után - a gyakorlat befejezését vonja maga után!!! A védőeszközök viselése a ③ és ④ részekben ajánlott, de nem kötelező.

#### ① DNPH reagens elkészítése:

A 25 ml-es erlenmeyer lombikba szórjon 0,4g (2 mmól) DNPH-t (kimérve az asztalon található), a 10 ml-es mérőhengerrel kimérve adjon hozzá 2ml cc. kénsavat. A mérőhengert azonnal öblítse el vízzel, majd kétszer 96%-os alkohollal (továbbiakban: alkohol), és szájával lefelé fordítva helyezze az asztalra, hogy az alkohol kicsöpögjön. (ugyanazt fogja majd használni az ismeretlen beméréséhez!)

Egy-két percig rázogassa az elegyet, majd amikor a szilárd anyag már csaknem feloldódott, ÓVATOSAN, Pasteur pipetta segítségével, a rázogatást folytatva, lassan csöpögtessen hozzá 3 ml vizet (közben az elegy erősen melegszik, ami nem baj!). További két perc rázogatás után (kevés DNPH maradhat oldatlanul) a még forró oldathoz adjon hozzá 10 ml alkoholt. Átlátszó, mélysárga oldatot kell kapnia.

## ② A származék előállítása:

Az 50 ml-es erlenmeyer lombikba mérőhengerrel mérjen be 0,5 ml (kb 7mmól) ismeretlen vegyületet (egy kémcsőben az asztalon található), oldja fel 20 ml alkoholban, majd adja hozzá a fentiek szerint elkészített DNPH reagens teljes mennyiségét.

A reagens hozzáadása után a reakcióelegyet 10 percig hagyja szobahőmérsékleten állni. A hidrazon származék eközben az oldatból kiválik. Végül állítsa a lombikot további 5 percre jeges vízbe.

A kristályosodás alatt a 25 ml-es erlenmeyer lombikot, amiben a DNPH reagenst készítette, mossa el vízzel, öblítse át 2-szer alkohollal és jeges vízbe állítva hűtsön le benne 15 ml alkoholt.

A megadott idő letelte után a csapadékot üvegszűrőn szűrje ki\*, majd a kristályokat a szűrőn a következő módon mossa meg: A vákuum megszüntetése után az anyagot a lehűtött alkohol felében egy üvegbot segítségével szuszpendálja (keverje) fel, majd újra szivassa le. Ismétlje meg a műveletet a hideg alkohol másik felével, de most a leszívás után további 10 percig szivasson még át rajta levegőt.

A várakozás ideje alatt válaszoljon a "Válaszlap"-on található, a gyakorlatot értelmező kérdésekre! (az álarcot, kesztyűt most már leveheti)

## ③ Az olvadáspont meghatározása:

A szűrőn lévő kristályokat, ha szükséges, az üvegbot segítségével törje össze, töltsé Op.-csőbe\* (egy kb. 0,5-1 mm átmérőjű, egyik végén leforrasztott üvegső), erősítse a 4. ábra szerint a hőmérőre, majd a hőmérő-Op.-cső együttesével a rezsón melegített olajfürdőt kavargatva mérje meg az előállított származék olvadáspontját. Olvadáspontnak egy intervallumot adjon meg, amelynek alsó értéke jelzi az anyag olvadásának kezdetét, a felső értéke pedig azt a hőfokot, amikor már teljesen megolvadt.

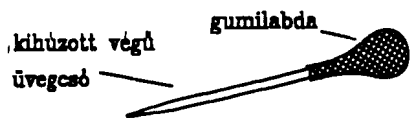
## ④ Azonosítás:

Az alábbi táblázatban jónéhány oxovegyület fenti eljárással előállított DNPH származékának olvadáspontja található. A mért olvadáspont alapján azonosítsa az ismeretlenül kapott vegyületet!

oxo-vegyület (aldehidek)	DNPH-származék Op.-ja (°C)	oxo-vegyület (ketonok)	DNPH-származék Op.-ja (°C)
acetaldehid	162-165	acetyl-aceton	203-205
akrolein	160-162	aceton	119-121
benzaldehid	227-229	acetofenon	243-245
n-butiraldehid	115-117	benzofenon	230-233
citrál	107-109	ciklopentanon	141-144
n-decylaldehid	98-101	ciklohexanon	155-158
dietyl-acetaldehid	122-125	di-izobutil-keton	87-90
formaldehid	168-171	dietyl-keton	150-152
kapronaldehid	97-100	di-n-propil-keton	70-73
klorál	125-128	di-izopropil-keton	83-85
krotonaldehid	183-185	D,L-kámfor	157-160
n-nonaldehid	93-98	metil-etyl-keton	107-110
propionaldehid	147-150	metil-n-hexil-keton	50-53
szalicilaldehid	243-246	metil-izopropil-keton	113-116
vanillin	223-225	metil-n-propil-keton	137-140

\* a kivitelezést ld. a 3. oldalon

## KIVITELEZÉS

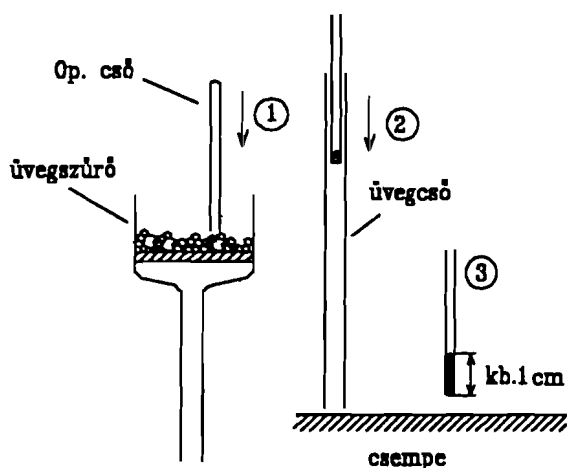
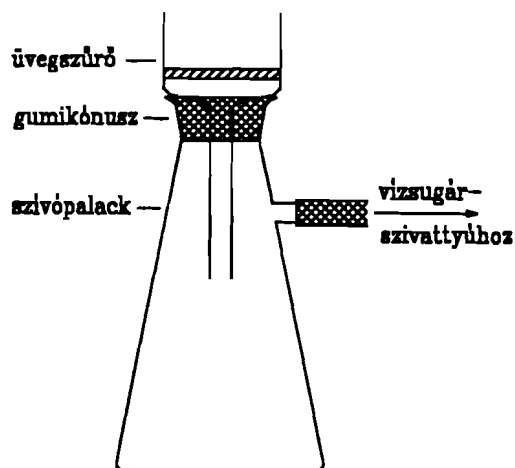


1. ábra: a Pasteur pipetta lényegében egy cseppentő eszköz, ennek megfelelően használja.

2. ábra: A szűrés.

Az ábrán látható berendezés vízsugárszivattyúhoz csatlakoztatható, melynek segítségével a szűrőn lévő kristályokról az oldószert az alábbi módon szívhatja le:

1. a vízsugárszivattyút teljesen nyissa ki
2. a leszűrni kívánt elegyet öntse a szűrőre
3. csatlakoztassa a gumicső segítségével a vízsugárszivattyút a szívópalack csonkjához - ekkor az oldószert a palackba szívódik. Ha ez megtörtént...
4. ...húzza le a gumicsövet a csonkról (ha tovább szívatja a rendszert, a szűrőn lévő anyagon levegő áramlik keresztül)
5. a vízsugárszivattyút zárja el.



3. ábra: az Op. csövet, az ábrának megfelelően, a következő módon töltse meg:

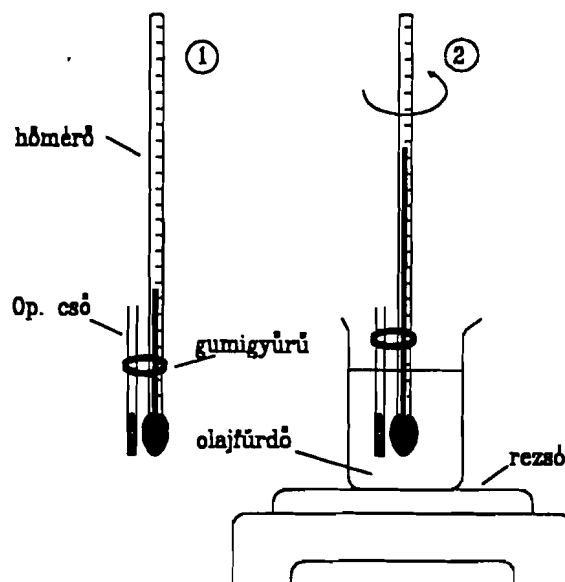
- ① az Op. cső nyitott végét nyomja a szűrőn lévő csapadékba úgy, hogy abba kristályok préselődjenek
- ② fordítsa meg az Op. csövet és az üvegcsővön (ejtőcső) keresztül ejtegesse a csempére annyiszor, hogy a kristályok az Op. cső aljára kerüljenek
- ③ az előző műveleteket ismételje addig, amíg az Op. cső alján egy kb. 1 cm-es réteg össze nem gyűlik.

4. ábra: Az olvadáspont mérése:

- ① a megtöltött Op. csövet gumigyűrű segítségével erősítse az ábrán látható módon a hőmérőhöz úgy, hogy a mérni kívánt anyag a higanyszákkal azonos magasságba kerüljön
- ② az olajfürdőt helyezze a rezsóra, kezdje el melegíteni úgy, hogy közben a hőmérővel kombinált Op. csővel az olajat kevergesse. Vigyázzon arra, hogy a gumigyűrű ne érjen bele az olajba, mert elpattanhat. Felváltva figyelje a cső alján lévő csapadékot illetve a higanyszálat.

A hőmérőről olvassa le azt a hőmérsékletet, ahol az anyag olvadni kezd és azt az értéket, ahol éppen teljesen megolvadt.

Az olvadáspontot a két érték által határolt intervallumként adja meg.



# V Á L A S Z L A P

név: \_\_\_\_\_

## *I. A gyakorlat értelmezésével kapcsolatos kérdések (Röviden válaszoljon!):*

1. Milyen típusú vegyület a DNPH (sav, bázis, amfoter, semleges)? \_\_\_\_\_
2. Miért oldódik viszonylag jól kénsavas vízben, míg tiszta vízben gyakorlatilag oldhatatlan? (ez a kísérletből nem derül ki) \_\_\_\_\_
3. Az oxovegyületről hogyan tudná eldönteni, hogy aldehid vagy keton? Írjon legalább három módszert! 1. \_\_\_\_\_ 2. \_\_\_\_\_ 3. \_\_\_\_\_
4. A víz hozzáadásakor miért melegszik a DNPH/kénsav oldat? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
5. A termék miért válik ki az oldatból? \_\_\_\_\_
6. Miért kell az oldatot szűrés előtt lehűteni? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
7. Miért szükséges a szűrőn az anyagot megmosni? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
8. Miért hideg alkohollal kell a kristályokat megmosni? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
9. Milyen szerves anyagokat tartalmaz a szűrlet? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
10. Milyen szervetlen anyagokat tartalmaz a szűrlet? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
11. Miért kell Op. mérés előtt az anyagon levegőt átszívni? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_
12. Miért kell Op. méréskor az anyagot a Hg-zsákkal egy magasságba helyezni? \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**II. Az ismeretlen vegyületre vonatkozó adatok:**

Az ismeretlen vegyület DNPH származékának Op.-ja: \_\_\_\_\_

A táblázat alapján lehetséges vegyület(ek): \_\_\_\_\_

Az ismeretlen vegyület: \_\_\_\_\_

Megjegyzések:

**1994/95 évi Kémiai OKTV harmadik, gyakorlati forduló, 1995. április 22.**

**2. feladat**

**Egybázisú gyenge sav moláris tömegének és disszociációállandójának meghatározása**

A rendelkezésre álló anyagok:

- 1./ a gyenge sav 0,1 mg pontossággal bemért mennyisége;
- 2./ 0,1091 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú HCl-oldat;
- 3./ kb. 0,1 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH-oldat;
- 4./ metilnarancs és fenolftalein oldat a titráláshoz;
- 5./ brómkrezolzöld indikátorral készült, 0,1 egység pontosságú összehasonlító pH-skála a 4-5 közötti pH-tartományban és brómkrezolzöld indikátor;

Eljárás:

A./ Határozza meg a kiadott NaOH-oldat pontos koncentrációját!

B./ Készítsen az ismeretlenből 100,0 cm<sup>3</sup> törzsoldatot, majd alkalmas indikátor mellett titrálja meg a NaOH-oldattal! (Végezzen párhuzamos méréseket!)

C./ A törzsoldat 5,00 cm<sup>3</sup>-éből és a NaOH-oldatból készítsen kémcsőben olyan oldatot, melynek pH-ja kb. 4-5 közé esik! 1 csepp brómkrezolzöld indikátort használjon, majd a kapott oldat színét az összehasonlító oldatsorozattal összevetve állapítsa meg az oldat pH-ját 0,1 pH-egység pontossággal!

A rendelkezésre álló adatokból számítsa ki a gyenge sav moláris tömegét, disszociáció-állandóját és a törzsoldatban a disszociációfok közelítő értékét!

Válaszoljon az alábbi kérdésekre:

A./

bemért savoldat térfogata	a fogyott NaOH-oldat térfogata
1./	1./
2./	2./
3./	3./

A számításokhoz használt átlagfogyás:  
Milyen indikátort használt és miért?

A NaOH-oldat pontos koncentrációja:

---

B./

Hány  $\text{cm}^3$ -t titrált a gyenge sav törzsoldatából?  
Hány párhuzamos titrálást végzett?  
Hány  $\text{cm}^3$  kb. 0,1 M NaOH fogyott a fenti titrálásokra?

A számításokhoz használt átlagfogyás:  
Milyen indikátort használt és miért?

A gyenge sav törzsoldatának pontos koncentrációja:

---

C./

Hogyan készítette a törzsoldatból 4-5 pH-jú oldatot?

A becsült pH értéke:

---

A fenti mérésekből számítva a gyenge sav

a./ moláris tömege:

b./ disszociáció-állandója:

c./ disszociációfoka a törzsoldatban:

**Ezt a lapot kitöltve be kell adni!**