

2004 11. hat

1. feladat

Egy fém azonosítása

A feladat során egy ismeretlen fémeket azonosítunk komplexometriás titrálás segítségével.

A komplexometria reagenseként használt EDTA (az etilén-diamin-tetraecetsav dinátriumsója) gyorsan stabilis komplexet alkot a két- és többértékű fémionokkal. Egyenletben:



ahol M^{x+} a fémiont, Y^{4-} az EDTA-ból képződő aniont jelöli.

Amíg a fémion feleslegben van, megkötí az indikátort is. A reakció végén a fémionok teljes mennyisége EDTA-komplexbe kerül; ugyanakkor az indikátor felszabadul és a színét megváltoztatja. A titrálást tehát állandó szín eléréséig kell folytatni, addig, amíg a mérőoldat adagolása már nem okoz színárnyalat-változást. Jó szolgálatot tesz a szín-összehasonlításnál egy már megtitrált minta.

A mérések során először az ismeretlen fém mintáját oldjuk salétromsavban. A kapott oldat pH-ját kb. 2-re beállítva EDTA oldattal titráljuk. Egy következő mérésben a fém oxidját oldjuk fel és titráljuk az így kapott oldatot. (Az oxidot előzőleg a fém salétromsavas oldásával, az oldat bepárlását követő hevítéssel állították elő.)

A mérés során tömény salétromsavat is használunk, ami erősen maró. Nagyon óvatosan bánjunk vele! Bőrre semmiképp se kerüljön! A gyakorlat során kötelező védőszemüveget viselni! A pipettázandó oldatok is erősen savasak, ezért a pipettázó labdák használata szintén kötelező!

A fém oldása és titrálása

A három feliratozott titráló lombikban előre kimért fémdarabok vannak, amelyeknek a tömegét feltüntettük a lombikon. Fülke alatt adjunk az odakészített műanyag pipettával a mintákhoz 3-3 cm³ tömény salétromsavat! Az oldódás meglehetősen lassú, akár 10 percet is igénybe vehet. A várakozás közben készítsük elő a második mérést, illetve töltsük fel a bürettát a 0,0500 mol/dm³ EDTA oldattal! A teljes feloldódás után töltsük desztillált vízzel kb. félig a titráló lombikot! Ekkor kihozhatjuk a vegyifülke alól. Adjunk hozzá 8 cm³ 5 % ammónia oldatot és adagoljunk hozzá cseppenként az ammónia-oldatból annyit, hogy az oldat opálosan megzavarosodjon a leváló fém-hidroxid csapadéktól! Azonnal adjunk az oldathoz 5 cm³ 10% salétromsav-oldatot! Titráljuk meg a lombik tartalmát két spatulahegynyi metiltimolkék indikátor hozzáadása után állandó sárga színig. A végpont környékén különösen lassan adagoljuk az EDTA-oldatot!

Tüntessük fel egyértelműen a mért fogyásokat!

A fém-oxid oldása és titrálása

A kis Erlenmeyer lombikban levő, feltüntetett mennyiségű fém-oxidhoz adjunk 5 cm³ tömény salétromsavat! Desztillált vizet használva vigyük át az oldatot egy 100 cm³-es mérőlombikba, és alaposan összekeverve készítsünk belőle ismert koncentrációjú oldatot! Ha az oldat túlságosan híg lesz, a magasabb pH hatására csapadék válhat ki, ezt 10%-os salétromsav-oldatot használva kerülhetjük el szükség esetén. Pipettázzunk az oldatból 20,00 cm³-t egy titrálólombikba. töltsük desztillált vízzel kb. félig a titráló lombikot! Adagoljunk hozzá cseppenként az 5 %-os ammónia-oldatból annyit, hogy az oldat opálosan megzavarosodjon a leváló fém-hidroxid csapadéktól! Azonnal adjunk az oldathoz 5 cm³ 10% salétromsav-oldatot! Titráljuk meg a lombik tartalmát két spatulahegynyi metiltimolkék indikátor hozzáadása után állandó sárga színig. A végpont környékén különösen lassan adagoljuk az EDTA-oldatot!

Tüntessük fel egyértelműen a mért fogyásokat! A két mérés eredményeit felhasználó számításokkal azonosítsuk a fémeket! Adjuk meg vegyjelét és az oxid összegképletét!

Megjegyzés: A feladatot részben a mérések pontossága alapján értékeljük. Nem feltétlenül az a mérés a legpontosabb, amelyben az eredmények pontosan megegyeznek az elvileg várható értékekkel!

Értékelés

A mérések jól reprodukálhatóan elvégezhetőek voltak. A pontok java a két titrálás pontosságáért járt. A 3 %-nyi hiba alatt teljesítők mindkét mérésben 12-12 pontot kaptak. A 8 %-nál jobban eltérő eredményért nem, a köztes tartományban arányosan járt pont. Ez nem sok különbséget tett a versenyzők között, hisz az átlag pontszámok 11 és 10 körül voltak, a nagy többség maximális eredményt kapott.

A második mérésnél a versenyzőknek egy kis része végzett csak több párhuzamos mérést, ami pedig magától értetődő követelmény lenne. Ezen a hibán sokan veszítettek 1 pontot.

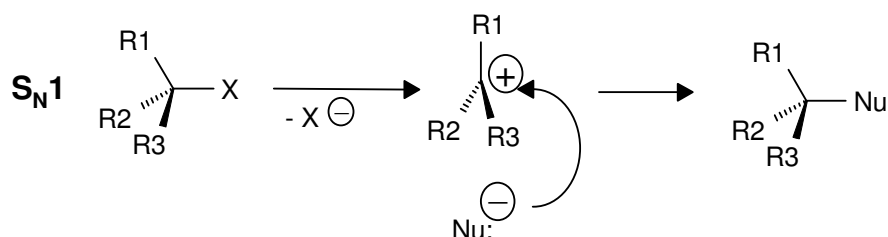
Az eredmények kiszámítása nem jelentett általában nehézséget, lévén a gondolatmenet nagyon egyszerű. Az azonosításban viszont sokszor kémiai képtelen eredményeket hoztak ki a megoldók, ha csak a számolásból adódó moláris tömegeket figyelték. Ezeket természetesen nem lehetett teljes értékű megoldásnak tekinteni. Az olyan eredmények, mint az asztácium, francium, amerícium mind bizonyos levonással jártak. Az eredmények alapján a fém moláris tömege 215 g/mol környékén volt. Az oxidban 1 mol fémmre 23,5 g oxigén jutott. Ezeket az eredményeket a Bi és a Bi_2O_3 adhatta. Ha valakinek a pontatlan mérései alapján más, kémiai elfogadható eredmény adódott, arra is megkapta a számolás 7 pontját. Ilyen fém egyébként csak az ólom lehetett.

A végső pontátlag 26 pont lett.

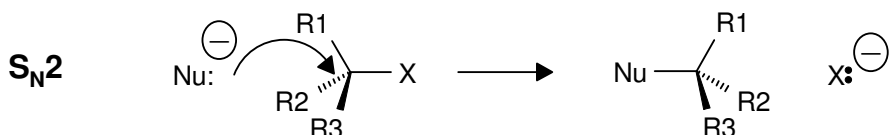
A tudnivalók

Az alifás vegyületeken lejátszódó szubsztitúciós reakciók egyik fontos csoportját képezik azon átalakítások, amelyek során a kilépő csoport (ún. távozócsoport) helyére egy negatív töltésű vagy negatívan polárizott reagens (ún. nukleofil) lép be. A reakciónak két alaptípusát különböztetjük meg:

Az úgynevezett S_N1 típusú reakció (az **S** a szubsztitúcióra, az **N** a reagens nukleofil jellegére utal) két lépésben játszódik le. Az első lépésben a távozócsoport leszakad és egy kationos szénatom alakul ki (ennek képződése elsősorban erősen poláris közegben valószínű). A második lépésben ez a kationos szénatom kapcsolatot létesít a nukleofil reagenssel.



Az S_N2 típusú reakció egy lépésben játszódik le. A nukleofil reagens a távozócsoporttal átellenes térrészről indítja támadását. Ezt akadályozhatja, ha az R1, R2 és R3 csoportok nagy térigényűek (a szerves kémiában a kis térigényű szubsztituens alatt általában hidrogénatomot értünk). Az új kötés kialakulása és a régi felhasadása egyszerre történik, így a reakció során nem keletkezik átmenetileg sem plusz töltés, ezért az ilyen típusú reakció gyengén poláris oldószerben is készségesen lejátszódik.



A feladat

Az asztalon hat számozott kémcsövet találsz, amelyek az alábbi vegyületeket tartalmazhatják: propanol, 2-metil-propanol, 1-klór-propán, 1-klór-2-metil-propán, benzaldehid, propionaldehid.

A rendelkezésedre álló reagensok és segédeszközök felhasználásával állapítsd meg, hogy az egyes kémcsövek mely anyagot tartalmazzák! Írd fel a meghatározás egyes lépéseinek egyenleteit is, illetve azt, hogy miként zártad ki más anyagok jelenlétét!

A reagensok és alkalmazásuk:

Lucas reagens (tömény sósavas cink-klorid oldat): tölts egy kémcsőbe 1 ujjnyit a reagensből és adj hozzá 10-12 csepp ismeretlent

DNP reagens (2,4-dinitro-fenilhidrazin, karbonilvegyületekkel sárga csapadékot ad): a reagens 5 cseppjéhez adj 5 csepp ismeretlent.

nátrium jodid (a kiadott mintát old fel a kiválasztott oldószer 10 milliliterében): tölts egy kémcsőbe 1 ujjnyit a reagensből és adj hozzá 10-12 csepp ismeretlent. Állítsd vízfürdőbe 3-5 percre, majd hűtsd le!

A segédeszközök: kémcsövek, előmelegített vízfürdő, óraüvegek, cseppentő, desztillált víz.

Jó tudni: a nátrium-jodid jól oldódik acetonban, a nátrium-klorid nem.