
Laboratóriumi gyakorlat kémia OKTV I. kategória

Budapest, 2005. április 16.

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 alatt.

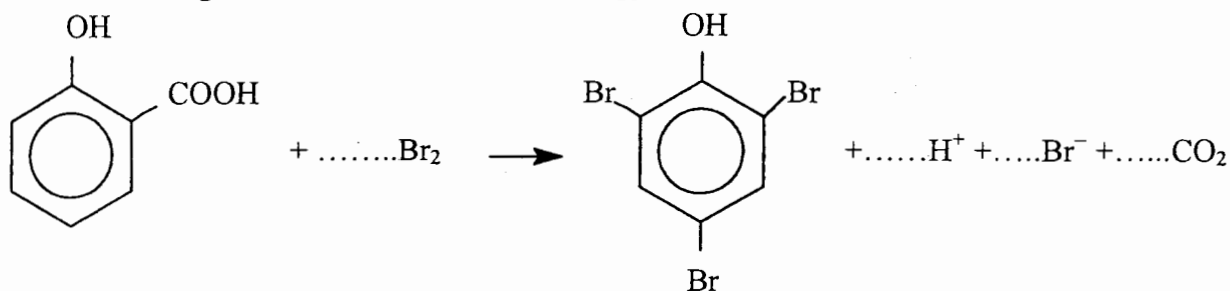
A feladathoz a megadott eszközökön kívül más eszközöket nem biztosítunk, és a rendelkezésre álló idő sem hosszabbítható!

Párhuzamos mérések elvégzését javasoljuk.

Acetil-szalicilsav szalicilsav tartalmának meghatározása

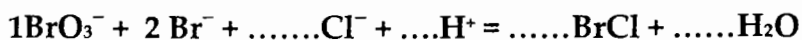
A mérés elve:

Az orto- és para-hidroxi-benzoessavak brómozás hatására tribrom származék képződése közben dekarboxileződnek. Ezen az alapon valósítható meg pl. a szalicilsav meghatározása (kiegészítendő egyenlet):

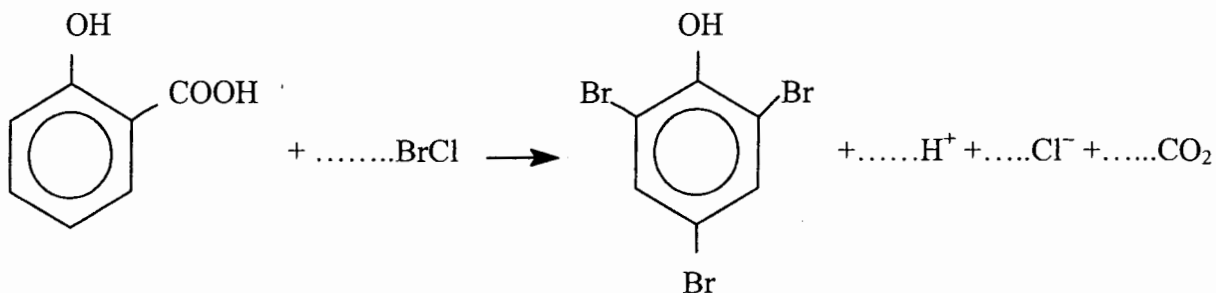


A karbonsavak brómozási reakciója azonban jelentősen kisebb sebességgel megy végbe, mint az analóg fenolé. Például a fenol kvantitatív brómozása 5 perc alatt, míg a szalicilsavé 60 perc alatt megy teljesen végbe.

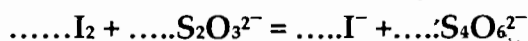
A szalicilsav acetilszármazéka, a gyógyászatban használatos acetil-szalicilsav (Aspirin, Istopirin) közvetlenül nem brómozható. Így lehetséges volna az acetil-szalicilsavban jelen levő szalicilsav szennyeződés brómozás útján történő meghatározása. Vizes oldatban azonban az acetil-szalicilsav lassan ecetsavra és szalicilsavra hidrolizál. A szalicilsav kvantitatív meghatározásához szükséges 1 órási brómozási idő alatt ez a reakció annyira előrehalad, hogy még a legtisztább acetil-szalicilsavban is 5-6% szalicilsav megjelenése mutatható ki. A reakció sebessége növelhető, ha az oldatban a bromidion-koncentrációt olyan kis értékre állítjuk be, hogy a brómozó reagens az elemi bróm helyett a sósavas közegben keletkező bróm-monoklorid legyen. A bróm-kloridos brómozáshoz olyan kálium-bromát-mérőoldatot alkalmazunk, amelyben minden bromátionra két bromidion jut (kiegészítendő egyenlet):



Bróm-monoklorid felesleggel a szalicilsav már 10 perc alatt mennyiségileg tribrómfenollá alakítható (kiegészítendő egyenlet):



A bróm-monoklorid feleslegének visszaméréséhez jodidiont juttatunk a rendszerbe, és a kivált jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal megtitráljuk (kiegészítendő egyenletek):



Az eljárás leírása:

- I. A kiadott minta 10,00 cm³-ét mérőlombikba pipettázzuk, és desztillált vízzel térfogatát kiegészítjük 100 cm³-re. Gondos összerázás után a törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 3 db. 100 cm³-es csiszolt dugós Erlenmeyer lombikba pipettázzuk, majd 20-20 cm³ megfelelő arányban KBr-ot tartalmazó 0,01000/6 = 0,0016667 mol/dm³-es BrO₃⁻ oldatot pipettázzuk hozzájuk. 5 cm³ deszt. HCl-al megsavanyítjuk, dugójával gondosan bezárva jól összerázzuk (a sorrendre figyeljünk a brómklór illékonysága miatt), és 10 percig állni hagyjuk, közben többször összerázzuk az oldatot. 30-30 cg KI-ot dobunk bele, a csiszolatot gondosan gyorsan beöblítjük, és dugójával elzárva 5 percig állni hagyjuk. Végül 0,01 mol/dm³-es tioszulfát mérőoldattal halványsárga színig titráljuk, majd 8-10 csepp keményítő indikátor jelenlétében az oldat kék színének eltűnéséig titráljuk.
- II. A kiadott minta 10,00 cm³-ét főzőpohárba pipettázzuk, 100 cm³ 2 mol/dm³-es nátrium hidroxid oldatot és 15 cm³ deszt. vizet adunk hozzá, és 10 percig forraljuk. Lehűtés után az egészet átmoszuk egy mérőlombikba, és desztillált vízzel térfogatát kiegészítjük 100 cm³-re. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteivel megismételjük a fentebb leírt eljárást.

$M_{\text{szalicilsav}}: 138,12 \text{ g/mol}$

$M_{\text{acetyl-szalicilsav}}: 180,15 \text{ g/mol}$

Adja meg a kapott minta szalicilsav- és acetyl-szalicilsav-tartalmát!

Kód:

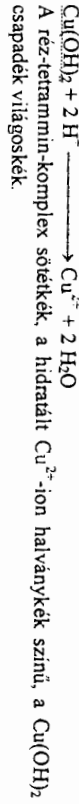
1. feladat Egy érdekes réz-komplex, $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 8 pont

A réz-tetrammin-nitrát gyönyörű, kékesbolyba színű, nagy kristályokat alkotó vegyület. Kristályvíz-mentes változatát sokat vizsgálták a raketájelzésű és a robbanósszer-kutatók (a kristályvízes változat szerencsére stabil). Ebben a feladatban ezzel a vegyülettel végzünk néhány kísérletet!

A kiadott réz-tetrammin-nitrát kis részletheből készíts híg vizes oldatot. A következő kísérleteket az oldat 1-2 ml-es részletével végezd!

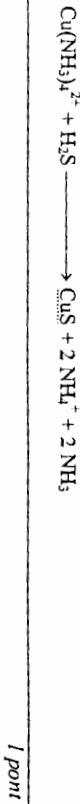
Adj a réz-tetrammin-nitrát oldathoz cseppenként 0,1 M HCl-oldatot! Mit tapasztalsz? Mi történik az első cseppek hatására, mi a reagens feleslegének hatására? Tapasztalataidat magyarázd meg! (Írj reakcióegyenletet!)

Az első cseppenkénti a sötétek oldatból világoskék csapadék válik le, mely további HCl hatására fehérlődik, halványkék színű oldat keletkezik.



A réz-komplex vizes oldatához adj pár csepp H_2S -es vizet. Mit tapasztalsz? Magyarázd meg tapasztalataidat! 2 pont

Barna csapadék, CuS keletkezik. A réz-szulfid olyan rosszul oldódik, hogy réz-amminkomplexek vizes oldatából is leválik (ellenében pl. a réz-hidroxiddal).



Végy két kis óraüveget. Az egyik belső oldalára ragassz egy kis indikátorpapírt csíkot egy csepp vízzel! Tegyelj egy másik óraüvegre egy kis szemcse réz-kompleket, és takard le az első óraüveggel. Figyeld az indikátort 2-3 percig! Mit tapasztalsz? Magyarázd meg tapasztalataidat! 1 pont

Az indikátor megkéklül, lúgos közeget jelez. A réz-komplex már szobahőmérsékleten is lassan bomlik, NH_3 szabadul fel, mely a fölé tartott vizes indikátort a lúgos hidrolízise miatt kékre színezi.



Az előző kísérlet alapján mit mondhattunk a réz-komplex stabilitásáról?

Már szobahőmérsékleten sem stabil, réz-nitrát keletkezése közben magától bomlik, csak rövid ideig tartható el, hermétikusan zárt edényben.

A kiadott kis spatulával egy niszszemmi (nem több!) réz-kompleket tarts Bunsen-éő lángjában! Figyeld meg az anyag viselkedését! Milyen a vegyület lángfestése, megolvad-e a lángban, elég-e, hogyan, milyen az égéstermek? Az anyagot lassan, a láng szelen melegítsd, hogy jól meg tud figyelni a történéseket! Figyeld, az égési vizsgálatokat elszívófilre alatti kell végezni, változóképpen vizsgálj! 1 pont

Az anyag zöldre színezi a lángot, hevítésre megolvad, gáz fejlődik, majd "elpuhán". Az égéstermek fekete, szilárd anyag (részben füst, részben a spatulán visszamarad).

Magyarázd meg az égési próba közben tapasztalt jelenségeket! 1 pont

A rézvegyületek a körülmények függvényében zöldre, vagy kékre színezik a lángot. A réz-komplex megolvadása a kristályvíz-tartalom következménye, hevítés hatására a kristályvíz felszabadul, és az anyagot részben oldja, tovább hevítésre a kristályvíz elforr (ami szintén megfigyelhető), kristályvíz-mentes anyag marad hátra. Ez (a bevezető szerinti) már robbanhat, amit látunk is: a vegyületben a nitrát-ionok oxidálják az ammóniát. A fekete égéstermek valószínűleg CuO .

2 pont

3. feladat Egy érdekes égés

5 pont

A barnakő (MnO_2 , mangán-dioxid) megjelenésében nagyon hasonlít a faszénre. A hasonlóságot fokozza, hogy meggyújva mindkét anyag szép lassan izzik (a barnakőből hasmanti, Mn_3O_4 keletkezik). E feladat szerzője elsőéves egyetemi minőségügyi analízis gyakorlatra során össze is keverte a két anyagot. Hasonlítsuk össze a két anyag "égését"!

Csipesszel tarts Bunsen-égő lángjába egy-egy darabka faszént, ill. barnakövet. Figyeld meg az anyagok viselkedését. Tapasztalataid alapján töltsd ki a táblázatot!

Reakció endoterm? (igen/nem)	faszén nem	MnO_2 nem
Reakciótermék halmazállapota, színe	gáz, színtelen	szilárd, szürke, és színtelen gáz
O_2 az anyag égését táplálja? (igen/nem)	igen	nem

Fújj rá az izzó faszénre ill. barnakőre! Hogyan változik az izzás intenzitása? Magyarázd meg a jelenséget!

3 pont

A faszén felizzik, ha ráfújjunk, a barnakő izzása gyengül. Az oxigén a szén égése során reakciópartner, ha levegőt fújjunk az égés helyére növeljük a rendelkezésre álló oxigén mennyiségét, ezért fokozódik a reakció sebessége. A MnO_2 esetén oxigén nem szükséges az égéshez (az égés során keletkezik), viszont a fűjás hatására hő vezetünk el a barnakőről, ezáltal csökkentjük a reakció sebességét, azaz az izzás intenzitását.

2 pont

2. feladat NaI-kristályszolvatok

7 pont

Szerveilen kémiai tanulmányaink során gyakran találkozunk kristályvizess sókkal, (az előző feladatban is!). Csak vízmolekulák épülhetnek be szervesen vegyületek kristályrácsába? Természetesen nem, bár más, pláne szerves oldószerek sokkal ritkábban fordulnak elő. A NaI egy üdítő kivétel. A vegyület szerves oldószerek egész sorában nagyszerűen oldódik, és az oldatokból hűtőrendszerként NaI-kristályszolvatok formájában váltak ki.

Ebben a feladatban egy ilyen kristályszolvát összetételét határozzuk meg.

A kiadott NaI-szolvát molonként 3 mol oldószert (A) tartalmaz, képlete $NaI \cdot 3A$. Határozd meg A moláris tömegét!

Az analitikai mérleg méri le egy üres 20ml-es főzőpohár tömegét (m_1), majd szórj bele 2-3 g-ot a $NaI \cdot 3A$ vegyületből. Mérd le a mérlegben a pohár tömegét a NaI-szoLVATTAL együtt (m_2). Írd rá a kódodat a pohárra, és állítsd 90-120°C-os homokfürdőbe (vigyázz, forró!) 5 percre. A kihűlt poharat ismét mérd meg (m_3)!

Fejzd ki (paraméteresen) A moláris tömegét (M_A -t) m_1 , m_2 és m_3 segítségével!

$M_{NaI} = 149,9 \text{ g/mol}$

bemért só tömege: $m_2 - m_1$, tömegcsökkenés: $m_2 - m_3$

fajlagos tömegcsökkenés: $(m_2 - m_3) / (m_2 - m_1)$

ugyanaz 1 mol anyagra felírva: $3M_A / (3M_A + M_{NaI})$. E két érték természetesen megegyezik:

$$3M_A / (3M_A + M_{NaI}) = (m_2 - m_3) / (m_2 - m_1), \text{ ahonnan } M_A = \frac{M_{NaI} \cdot (m_2 - m_3)}{3 \cdot (m_2 - m_1)}$$

2 pont

Méresi eredményeid alapján számold ki A oldószert moláris tömegét!

$m_1 =$

$m_2 =$

$m_3 =$

$M_A =$

pontozás: Az elméleti tömegcsökkenés 39,0%, $\pm 3\%$ elérésig (36-42%) 4 pont, 7%-nál nagyobb elérés esetén 0 pont, köztük a pontszám lineárisan változik. Számolási hibáért itt nincs levonás. A gyakorlatvezető a gyakorlat után ellenőrzi a mérést, tekintettel a $NaI \cdot 3CH_3OH$ vegyület bomlékonyságára.

4 pont

Mi lehet az A oldószert?

metanol

1 pont