



Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny
Kémia I. kategória
3. forduló

javítási-értékelési útmutató

Budapest, 2018. március 24.

A feladat során „időutazást” végzünk: Edward Turner 1833-ban megjelent könyvében említenek először egy érdekes vegyületet, amit kálium- és krómionok, valamint oxalácionok építenek fel. Az anyag érdekes optikai tulajdonságokkal rendelkezik, meglepő, szervesetlen kémiában szokatlan színeket produkál.

◉

ELEMENTS

OF

CHEMISTRY,

INCLUDING THE

RECENT DISCOVERIES AND DOCTRINES OF THE SCIENCE.

BY

EDWARD TURNER, M.D. F.R.S. L. & E. SEC. G.S.
PROFESSOR OF CHEMISTRY IN THE UNIVERSITY OF LONDON.
FELLOW OF THE ROYAL COLLEGE OF PHYSICIANS OF EDINBURGH; CORRESPONDING
MEMBER OF THE ROYAL SOCIETY OF GÖTTINGEN; HONORARY MEMBER OF
THE FLINIAN SOCIETY OF EDINBURGH; AND MEMBER, AND
FORMERLY PRESIDENT, OF THE ROYAL MEDICAL
SOCIETY OF EDINBURGH.

FOURTH EDITION,
ENLARGED AND CAREFULLY REVISED.

LONDON:
PRINTED FOR JOHN TAYLOR,
Bookseller and Publisher to the University of London,
30, UPPER GOWER STREET;
AND SOLD BY MACLACHLAN AND STEWART, EDINBURGH.

M.DCCC.XXXIII.

Figyelem! Mindenekelőtt alaposan olvassa végig a feladatlapot és készítse munkatervét! Erre a gyakorlat elején 15 percet biztosítunk. A laboratóriumi munkát csak ez után kezdheti el.

! A feladatok elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen 220 perc áll rendelkezésére. Ez idő alatt egyszer kötelező 10 perces szünetet tartani, amely nem számít bele a munkaidőbe.

A feladat során több esetben is várakozni kell, mely idő alatt egy másik feladatrész megoldásával érdemes foglalkozni. A kísérleti munka mellett maradjon idő a kérdések megválaszolására is!

1. Szintézis

Oxalate of Chromium and Potash.—This salt was discovered by my Brother during the winter of 1830-31, by adding oxalic acid to a solution of bichromate of potash until effervescence ceased, and then evaporating. The same salt has been prepared independently, and by a better process, by Dr. W. Gregory, who employed 190 parts of bichromate of potash, 157.5 of oxalic acid in crystals, and 517.5 of crystals of binoxalate of potash, pours hot water over the materials, and when effervescence has ceased concentrates very considerably. *

Állítsuk elő ezt az érdekes komplexvegyületet! Eljárásunk során kicsit eltérünk a korábbi szerzők gyakorlatától.

Egy 250 ml-es Erlenmeyer-lombikba mérjen be 6,62 g oxálsavat (dihidrát formában) és 9 ml telített kálium-oxalát-oldatot! Adjon hozzá 40 ml desztillált vizet, és a gázegő segítségével finoman melegítve készítse tiszta oldatot! Várja meg, hogy a lombik tartalma visszahűljön, maximum langyos legyen! (Nem baj, ha ilyenkor kristályos anyag kiválik, a reakció során fel fog oldódni.)

Az oldathoz kis részletekben adagolja az előre kimért 2,21 g $K_2Cr_2O_7$ -t, mindig várja meg, hogy a beadagolt részlet feloldódjon.

Mit tapasztal?

Gázfejlődés, sárga → zöld/fekete színváltozás, hófejlődés.

(1)

Írja fel az oxálsav és a dikromátionok közötti reakció rendezett egyenletét!



(1)

* Króm és kálium oxalátja: ezt a sót a bátyám fedezte fel 1830-31 telén, úgy, hogy oxálsavat adott káliumbikromát oldathoz, és a pezsgés megszűnése után bepárolta. Ugyanezt a sót egy jobb eljárással tőle függetlenül Dr. W. Gregory is előállította: 190 rész káliumbikromát, 157,5 rész kristályos oxálsav és 517,5g dikáliumoxalát elegyére forró vizet öntve a pezsgés elültét követően alaposan bepárolva.

A keletkező komplexvegyület nagyon jól oldódik vízben, ezért a terméket úgy tudjuk izolálni (kinyerni), ha a vizet elpárologtatjuk. Ehhez egy 10 cm-es Petri-csészét (az asztalon a nagyobbik) fogunk használni. A Petri-csésze oldalára egy markerfilc segítségével írja fel a kódját! Mérje le az üres tálát, és jegyezze fel a tömegét!

A Petri-csésze tömege:

Öntse a vegyület sötét oldatát a Petri-csészébe, és rakja a fülke alatt található „gőzfürdő” készülék egy szabad helyére!



Figyelem: a forró gőz égési sérülést okozhat! A készülék használatához (a minta levételéhez és feltevéséhez) kérje a felügyelő segítségét!

Az oldószer elpárolgásához 60-90 perc szükséges. A víz párolgásával először csak töményedik az oldat, végül megindul a termék kristályainak kiválása. Fontos! A víz elpárolgása után minél hamarabb vegye le a Petri-csészét a gőzfürdőről, és helyezze az asztalára, biztonságos helyre!

Ha a terméket az oldat elpárolgása után hosszan hevítjük a gőzfürdön, akkor bomlást szenved.

Milyen jellegű lehet a lezajló folyamat? (Nem kell egyenletet írni.)

Elveszti a kristályvizét.

(0,5)

Kémiai szintézisek során más esetben is használjuk a szárazra párolást a termék izolálására. Milyen arányban kell a kiindulási anyagokat keverni ilyen esetben?

Melyik állítás igaz? A megfelelő négyzetbe tegyen X jelet!

- Mindenképpen sztöchiometrikus arányt kell alkalmazni.
- Ha egy reagens illékony, akkor abból akár többet, akár kevesebbet is vehetünk, mint a sztöchiometrikus mennyiség.
- Az illékony reagenst alkalmazhatjuk feleslegben.

(0,5)

A várt krómvegyület mellett a reakció során keletkezik-e más anyag, ún. társtermék? Ha igen, mi?

CO₂ (H₂O)

(0,5)

A gyakorlat végén a terméket tartalmazó Petri-csészét hagyja az asztalon biztonságos helyen! A felügyelő begyűjti, és vizsgálat után pontozza.

A termékre kapott pontszám:
(a javító tölti ki)

(4)



A gyakorlat további részében ezt az anyagot fogjuk vizsgálni, de nem az előbbieken előállított mintát fogjuk használni, hanem egy másik, mindenképpen egységesen azonos anyagot, amit egy kis edényben az asztalán talál „krómkomplex” felirattal.

2. A komplexvegyület tulajdonságainak vizsgálata

This beautiful salt crystallizes in thin elongated prisms, which appear black by reflection, blue by transmitted light, and green when reduced to powder: its solution is green and red at the same time, except by candle light, when it is of a pure red. Dr. Gregory considers it a compound of 3 equi-*

A kiadott minta és eszközök segítségével ellenőrizze a szerző megállapításait! A vizsgálata során igaznak talált állítások négyzetébe tegyen X jelet, illetve, ha szükséges, egészítse ki a megállapításokat!

- tús kristályai vannak a kristályok nem tús alakúak, hanem:
- a kristályok feketék a kristályok nem feketék, hanem:
- a kristályok áteső fényben kékek
- a kristályok áteső fényben nem kékek, hanem:
- az anyag pora zöld
- az anyag pora nem zöld, hanem: *szürkéskék*

(2)

A furcsa kétszínűséget, melyet a könyv említ, „dikromatizmusnak” hívják, és például a tökmagolaj mutatja nagyon erősen. A jelenség magyarázata a speciális fényelnyelésben és az ember látásának spektrális érzékenységében rejlik. *Valóban megfigyelhető a jelenség a komplex vizes oldatánál?*

- az anyag vizes oldata piros-zöld dikromatizmust mutat
- az anyag vizes oldata mutatja a dikromatizmus jelenségét, de az nem piros-zöld, hanem: *kék-lila*
- az anyag vizes oldata nem mutatja a dikromatizmus jelenségét

(1)

Oldjon fel egy kis kristályos komplexvegyületet egy kémcsőben desztillált vízben! Adjon hozzá pár csepp CaCl_2 -oldatot!

Mit tapasztal?

Semmit, nincs látható változás.

(1)

* Ez a gyönyörű só hosszú vékony prizmák (tűk) formájában kristályosodik, ráeső fényben fekete, áteső fényben kék, ha porrá törjük zöld színű. Oldata zöld és piros egyszerre, kivéve gyertyafénynél, amikor tiszta piros.

Mire utal ennek a kísérletnek az eredménye? (Tipp: adjon pár csepp CaCl_2 -oldatot kálium-oxalát-oldathoz is!)

Az oxalátionok fehér csapadékot képeznek Ca^{2+} -ionokkal. Az, hogy itt ezt nem látjuk, azt valószínűsíti, hogy a vegyületben az oxalátionok komplexben kötött állapotban találhatóak, ami csak nagyon kismértékben disszociál, így nagyon kicsi az oxalátkoncentráció.

(0,5)

3. Kristályvíztartalom

Annak eldöntésére, hogy az anyag tartalmaz-e kristályvizet, egy kis kémcsőbe tegyen pár kis kristályt a vegyületből, és óvatosan hevítse a kémcső alját a Bunsen-égővel!

Milyen jelenség utal a kristályvíz jelenlétére?

Pára csapódik le a kémcső szájánál.

(0,5)

Egy alkoholos filccel írja rá a kódját a kiadott két kis méretű Petri-csészére, és mérje le őket analitikai mérlegen! Dörzsmozsár segítségével őrölje finom porrá az anyag egy részletét! Rakjon mindkét Petri-csészébe kb. 0,8-1,0 g vegyületet, és mérje meg analitikai pontossággal a csészék tömegét így, anyaggal együtt! A mérési eredményeket az alábbi táblázatban rögzítse!

Üres csésze tömege (g)	Csésze tömege anyaggal (g)	Csésze tömege hevítés után (g)
m_1	m_2	m_3

Tegye az anyagot 150 °C-os szárítószekrénybe!

Figyelem! 150°C az nagyon forró, nemcsak a szekrény belseje, de a Petri-csésze is égési sérüléseket okozhat! A szekrénynél egyszerre mindig csak egy személy tartózkodhat. Mielőtt a szekrényt kinyitná, kérje a felügyelő segítségét!

- **A Petri-csészét tégelyfogóval kell ki-be rakosgatni. Érdeemes az eszköz használatát még hidegen begyakorolni.**
- **A forró Petri-csészét ne rakja le hideg felületre, a hirtelen lehülés törést okozhat: mindig tegyen pár réteg papírvattát a csésze alá!**

Legalább 20 perc elteltével vegye ki a Petri-csészéjét a szekrényből, fedje le egy óraüveggel, és várja meg, míg kihűl! A kihűlt Petri-csészét újra mérje meg, az eredményt jegyezze fel a táblázatban! Vigyázzon! Forró tárgyak körül felszálló légáramlatok keletkeznek, amik az érzékeny tömegmérést meghamisítják, ezért mindig csak szobahőmérsékletű tárgyakat szabad mérni.

Miért kell a kihűlés alatt a Petri-csészét lefedni?

Azért, hogy ne vegye újra fel a levegőből a kristályvizét.

(0,5)

Ha szükségét érzi, végezhet további mérést is.

Számítsa ki a komplexvegyület tömegszázalékos kristályvíztartalmát!

$$w(\text{H}_2\text{O}) = 1 - (m_3 - m_1)/(m_2 - m_1)$$

Pontosság: (4)

Számolás: (1)

Hogyan győződhetnénk meg arról, hogy a hevítést elég ideig folytattuk-e?

Visszatesszük a Petri-csészét a szárítószekrénybe, majd vizsgáljuk, hogy van-e tömegcsökkenés.

(0,5)

4. Krómtartalom

A komplexvegyület krómtartalmát etiléndiamin-tetraecetsavval (EDTA) végzett komplexometriás titrálással határozzuk meg, visszamérési eljárással. Az EDTA $[(\text{HOOC}-\text{CH}_2)_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_2-\text{COOH})_2]$ egy olyan vegyület, amely a fémionok jelentős részével igen stabil, 1:1 mólarányú komplexet képez. A komplexben a központi fémionhoz nemcsak a két nitrogénatom magános párja, de „karomszerűen” a karboxilcsoportok is kapcsolódnak, így lényegében egy kalitkába zárják az iont. A létrejövő sok kötés teszi ezeket a komplexeket különösen stabillá.

A króm-EDTA komplex ugyan nagyon stabil, de a kötések megfelelő elrendeződéséhez jelentős időre van szükség, ezért kialakulása lassú, amit melegítéssel fogunk gyorsítani.

A komplex kialakulása során fontos a közeg megfelelő pH-jának biztosítása, erre a célra legtöbbször pufferoldatokat használnak. Mi a kényelem miatt egyszerűen csak nátriumdiacetátot fogunk a titrálólombikba adni. Ez a stabil, szilárd vegyület, melyet az élelmiszeripar „szilárd ecetként” használ, a nátrium-acetát egy olyan származéka, amelyik nem kristályvizet, hanem ecetsav „kristályoldószer” tartalmaz. Képlete: $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot \text{CH}_3\text{COOH}$

Körülbelül milyen koncentrációarányban tartalmazza a titráló lombikunk az acetátionokat és az ecetsavat? Mennyi így a pH? ($K_s=1,8 \cdot 10^{-5}$)

$$[\text{CH}_3\text{COOH}]: [\text{CH}_3\text{COO}^-] = 1:1$$

$$[\text{H}^+] = K_s$$

$$\text{pH} = 4,7$$

(2)

A titrálás menete:

1. Egy száraz titrálólombikba mérjen be 0,100-0,150 g vizsgálandó anyagot körülbelül-de-pontosan* (0,0001 g pontossággal)!
2. Oldja fel 10,00 ml 0,05 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldatban!
3. A pH beállításához adjon a lombik tartalmához kb. 5 g nátrium-diacetátot (az egyszerű használatos spatula nagyobbik kanálával 10 adag)!
4. Adjon a lombikba 5 ml desztillált vizet és pár horzskövet (ez egy inert, nagy felületű ásvány, amelyik segít egyenletessé, fröcsögésmentessé tenni a forrást)!
5. Helyezze el a lombikot egy azbesztes dróthálón, és gázegő segítségével forralja csendes legalább 25 percig! Figyeljen arra, hogy ha a forrás során túl sok víz párolog el, akkor azt desztillált vízzel időben pótolja! A dróthálóra egyszerre akár 3 lombik is felfér!
A láng intenzitását úgy szabályozza, hogy az oldatok ne fröcsögjenek, csak éppen „gyöngyözzenek”!
6. Hűtse le a lombik tartalmát kb. szobahőmérsékletre! A hűtést csapvízzel gyorsíthatja (óvatosan, ne menjen a lombikba)!
7. Hígítsa fel a lombik tartalmát annyi desztillált vízzel, hogy a lombik kb. félig legyen tele!
8. Titrálja meg az oldatot 0,05 mol/dm³ Pb(NO₃)₂-oldattal! Indikátorként K₂Cr₂O₇-ot fogunk használni, adjon a lombikba 0,5 ml-t a 0,1 mol/dm³ koncentrációjú K₂Cr₂O₇-oldatból!

A mérés során az EDTA feleslegének ólomkomplexe jön létre. A titrálás végpontjánál, amikor szabad ólomionok jelennek meg az oldatban, akkor csapadék, ólom-kromát (PbCrO₄) válik le. Az oldatunk nagyon sötét színű, ezért hagyományos, színváltozáson alapuló végpontjelzés nem működne, de a csapadékképződés jól megfigyelhető.

A végpont közelében már észlelhető a csapadék átmeneti leválása, de ez először visszaoldódik. Az ekvivalenciapontban a zavarosodás hosszú ideig megmarad.

Annyi mérést végezzen, amennyit szükségesnek tart.

Eredményeit az alábbi táblázatban foglalja össze!

<i>Bemérés (g)</i>	<i>Fogyás (cm³)</i>
<i>m₄</i>	<i>V₄</i>

Számítsa ki, hogy a komplexvegyület hány tömegszázalék krómiont tartalmaz!

EDTA-oldat pontos koncentrációja: <i>c_{EDTA}</i> (mol/dm ³)
Pb(NO ₃) ₂ -oldat pontos koncentrációja: <i>c_{Pb}</i> (mol/dm ³)

* "Körülbelül-de-pontosan" bemérés alatt azt értjük, hogy a bemért minta tömegének nem kell pontosan 0,1000 g-nak lennie, hanem lehet 0,1000-0,1500 g között bármennyi, de a tömeget pontosan kell ismernünk, pl. 0,1345 g.

Számítás:

$$w(\text{Cr}) = M(\text{Cr}) \cdot (0,01c_{\text{EDTA}} - 0,001V_4 \cdot c_{\text{Pb}}) / m_4$$

Pontosság: (7)

Számolás: (2)

Tapasztalatai alapján válaszoljon az alábbi kérdésekre!

Milyen színű az ólom-kromát csapadék?

sárga

Honnan tudjuk (milyen jelenség utal arra), hogy létrejött a króm EDTA-komplexe?

Színváltozás történik az EDTA hozzáadásakor: lila lesz az oldat.

A titrálás végpontjában a króm...

- szabad ion formában van jelen
 EDTA-komplex formájában van jelen

(0,5)

A mérés körülményei között melyik komplex a stabilabb?

- ólom-EDTA
 króm-EDTA

(1)

Ha „beszárítjuk” a mintát hevítés közben, akkor nagy hibát okoz, hogy megváltozik az oldat pH-ja.

Miért változik meg a pH ilyenkor akkor is, ha utólag pótoljuk az elpárolgott vizet?

Elpárolog az ecetsav.

(0,5)

A $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ indikátor ebben a mérésben „veszélyes” lehet. Elképzelhető egy olyan reakció, ami meghamisítja a mérést.

Mi lehet ez? (Szerencsére a körülmények miatt ez a reakció csak elenyésző hibát okoz.)

Az oxaláttal le tudná redukálni Cr^{3+} -át.

(0,5)

Az eddig elvégzett kísérletek alapján következtethetünk a króm oxidációs számára a komplexvegyületben. Ehhez rendelkezésünkre állnak a következő kiegészítő információk. Vizes oldatban a króm +2, +3 és +6 oxidációs számú vegyületei stabilak. Az alábbi táblázatban ezen állapotok jellemző tulajdonságait foglaltuk össze:

	szín vizes oldatban	EDTA-komplex színe (enyhén savas közegben)
Cr ²⁺	kék	kék
Cr ³⁺	zöld-lila (anion függvényében)	lila
CrO ₄ ²⁻	sárga/narancs	nem képez komplexet

A fentiek ismeretében a komplexben a króm oxidációs száma *a vegyület előállítása során nyert tapasztalatok alapján*:

- megállapítható volt
 nem volt megállapítható, mert: *az oxaláto-komplex színét láttuk* (0,5)

A króm oxidációs száma a komplexben *az EDTA-s titrálás során nyert tapasztalatok alapján*:

- megállapítható volt
 nem volt megállapítható, mert:..... (0,5)

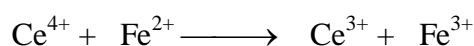
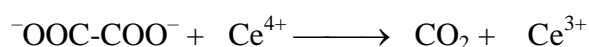
Milyen oxidációs számú a króm a vizsgált vegyületben?

+3

(0,5)

5. Oxaláttartalom

Az oxaláttartalom meghatározása az OKTV döntőkön az utóbbi években folyamatosan téma volt. Most nem a szokásos permanganometriás eljárást használjuk, mert a minta egy másik komponense is reagálna a mérőoldattal, hanem cerimetriával. Ce⁴⁺ mérőoldat segítségével, visszaméréssel végezzük el a meghatározást az alábbi **kiegészítendő** egyenletek alapján:



A Ce⁴⁺ ionok élénksárga színűek, a Ce³⁺ ionok színtelenek. A mérést erősen savas közegben végezzük. Először Ce⁴⁺ ionok feleslegével reagáltatjuk a krómkomplexet, majd a reakcióban a változatlanul visszamaradt Ce⁴⁺ (a felesleg) mennyiségét Fe²⁺ mérőoldat segítségével határozzuk meg. Az titrálás végpontját ferroin indikátorral jelezzük. Ez az anyag Ce⁴⁺ ionok jelenlétében kék, Fe²⁺ ionok mellett piros színű. A színkavalkádot gazdagítja a Ce⁴⁺ és Fe³⁺ ionok saját színe is.

A titrálás menete:

- Mérjen be egy száraz titrálólombikba körülbelül-de-pontosan* 0,050 g anyagot (0,0001 g pontossággal)! Ha nem áll rendelkezésedre száraz titrálólombik, akkor használjon a beméréshez műanyag bemérőedényt!

* "Körülbelül-de-pontosan" bemérés alatt azt értjük, hogy a bemért minta tömegének nem kell pontosan 0,0500 g-nak lennie, hanem lehet 0,03-0,07 g között bármennyi, de a tömeget pontosan kell ismernünk, pl. 0,0432 g.

- Oldja fel az anyagot 10 ml 1 mol/dm³-es H₂SO₄-oldatban, és adjon az elegyhez 10,00 ml 0,1 mol/dm³-es Ce(SO₄)₂-mérőoldatot (pontos koncentrációja az edényen)!
- A gázegő segítségével melegítse fel a lombik tartalmát addig, míg a forrás már majdnem beindul! Tegye a forró lombikot az asztalra, és várjon egy percet, hogy a reakció lefusson! Ezt követően a vízcsap segítségével hűtse a lombikot labor-hőmérsékletűre! Vigyázzon, ne jusson csapvíz a lombikba!
- Titralja meg az oldatot kb. 0,1 mol/dm³-es FeSO₄-oldattal (a mérőoldatok pontos koncentrációját közvetlenül a gyakorlat előtt ellenőrzik, és ráírják az edényre). A méréshez használjon 2-3 csepp ferroin indikátort. A kezdetben zöld oldat az ekvivalenciapont előtt égszínkék lesz, majd a FeSO₄ felesleg hatására piros. A titralást a piros szín eléréséig kell végezni.

Annyi mérést végezzen, amennyit szükségesnek ítél!

A titralások eredményét az alábbi táblázatban rögzítse!

A bemért anyag tömege (g)	Fogyás (cm ³)
m_5	V_5

Számítsa ki, hogy a komplexvegyület hány tömegszázalék oxalátiont tartalmaz!

Ce(SO₄)₂-oldat pontos koncentrációja: c_{Ce} (mol/dm³)

FeSO₄-oldat pontos koncentrációja: c_{Fe} (mol/dm³)

Számítás:

$$\begin{aligned} (\text{COO}_2)^{2-} + 2 \text{Ce}^{4+} &= 2 \text{CO}_2 + 2 \text{Ce}^{3+} \\ \text{Ce}^{4+} + \text{Fe}^{2+} &= \text{Ce}^{3+} + \text{Fe}^{3+} \end{aligned} \quad (0,5)$$

$$w[(\text{COO}_2)^{2-}] = M[(\text{COO})_2^{2-}] \cdot 0,5 \cdot (0,01c_{Ce} - 0,001V_5 \cdot c_{Fe}) / m_5$$

Pontosság: (10)
Számolás: (2)

A mérés kezdetén, a forralás során a lombik tartalmának színe piszkos barnássárgáról élénksárgára vált.

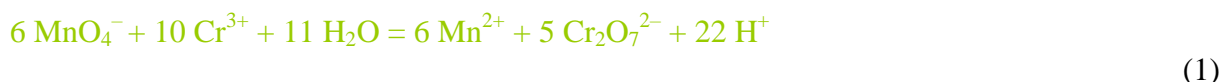
Mi lehet ennek az oka?

Eloxidáljuk a sötét színű oxaláto-komplexet, a termékek színe sokkal kevésbé intenzív, így a Ce⁴⁺ élénksárga színét látjuk.

(1)

A komplexvegyület savas oldatát KMnO_4 -oldattal titrálva, nemcsak az oxalátionok, hanem a minta egy másik komponense is reagálna lassan.

Mi lenne ez a zavaró reakció? (Egyenlettel válaszoljon!)



6. Összegzés

a pure red. Dr. Gregory considers it a compound of 3 equivalents of oxalic acid, 2 of potash, 1 of green oxide of chromium, and 6 of water.

Az eredeti közlemény szerint tehát a komplex 2 egység (mol) káliumból, 1 egység krómból, 3 egység oxalátból és 6 egység vízből áll.

Mérési eredményei alapján mi lehet a komplexvegyület összegképlete? Számításait is tüntesse fel!

$$\begin{aligned} n(\text{K}) : n(\text{Cr}) : n[(\text{COO}_2)^{2-}] : n(\text{H}_2\text{O}) &= \\ &= w(\text{K}) / M(\text{K}) : w(\text{Cr}) / M(\text{Cr}) : w[(\text{COO}_2)^{2-}] / M[(\text{COO}_2)^{2-}] : w(\text{H}_2\text{O}) / M(\text{H}_2\text{O}) \end{aligned}$$

$$\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O} \quad (1)$$

Bár két évszázad távlatából könnyű okosnak lenni, mégis, „időutazásunk” végén vonjunk mérleget. Előállítottunk egy szép anyagot, sok klassz szint láttunk, talán a kísérletek is érdekesek voltak. Nemcsak Dr. Gregory, de mi is meghatároztuk az anyag összetételét, és megállapíthatjuk, hogy:

- az öreg Dr. Gregory nagyon penge analitikából
- Dr. Gregory esélytelen az OKTV-n.

MELLÉKLET

Eszközök és anyagok listája

Eszközök mindenkinek

főzőpohár 100ml, 2 db
 főzőpohár 250 ml, 1 db
 Erlenmeyer-lombik 250 ml, 1 db
 Petri-csésze nagy, átm. kb. 10 cm, 1 db
 Petri-csésze kicsi, átm. kb. 5 cm, 1 pár (2 db)
 óraüveg 6-10 cm, 2 db
 mérőhenger (25 ml)
 6 db titrálólombik
 10 ml pipetta, 2 db
 pipettalabda
 buretta (2 db), állványon
 fehér csempe
 dörzsmozsár
 bemérőcsónak (műanyag bemérő tál)
 5 kis kémcső, állvány
 műanyag cseppentő 3 ml, 3 db
 kémcsőfogó
 műanyag spatula 3 db
 csipesz
 alkoholos filc
 gumiujj
 téglafogó
 vas háromláb, azbesztes drótháló, Bunsen-égő
 desztillált vizes flaska
 papírvatta

2,21 g $K_2Cr_2O_7$ szilárd, finoman elporítva kis főzőpohárban
 „krómkomplex” minta

Vegyszerek asztalonként (üvegben vagy főzőpohárban)

oxálsav (dihidrát) szilárd, 100 g/asztal
 K-oxalát-oldat (25 m/m%) 100 ml/asztal
 0,2M $CaCl_2$ -oldat, reagens, 50 ml/asztal
 nátrium-diacetát szilárd, 150 g/asztal
 0,1M $K_2Cr_2O_7$ -oldat cseppentővel, 50 ml/asztal
 1M kénsav
 ferroin indikátor
 forrkő, gyufa

Mérőoldatok (100 ml/fő közös)

0,05M EDTA
 0,05M $Pb(NO_3)_2$
 0,1M $Ce(SO_4)_2$ -oldat
 0,1M $FeSO_4$ -oldat

Közös használatú eszközök

analitikai mérleg (0,1 mg) 2 db/labor
 „gőzfürdő” 1 hely/fő fürke alatt
 szárítószekrény 150 °C

A feladatban szereplő egzotikus anyagról elég keveset lehet tudni: a közel 200 év alatt nem sok cikk foglalkozott vele, pedig nemcsak különösen elegáns megjelenésű, de igazán érdekesek az optikai tulajdonságai is. Egy kuriózum, ami önmagában is kiemelkedik a hagyományos szerves vegyületek közül.

Didaktikailag az teszi érdekessé, hogy szintézise és vizsgálata során a gimnáziumi anyagon csak kismértékben kell túllépni, csupa olyan ismeretre tudunk támaszkodni, ami gyakran szerepel a versenyek tematikájában, így pl. az oxaláttitrálás a tavalyi OKTV-n is feladat volt. Különösen érdekes az, hogy a redoximetriából megismert kromát-oxalát reakció itt más szerepben, mint szintetikus módszer szerepel. A komplexometriás titrálások több aspektusát is érdekes módon vizsgálhatjuk: szabad szemmel látható módon alakul ki az EDTA-komplex (és ezt a reakciót egyben ki is használjuk a króm oxidációs számának azonosítására), a végpont detektálására egy egyszerű szerves reakciót, és nem misztikus szerkezetű indikátort használunk, és persze izgalmas dolog majdnem fekete oldatot titrálni.

A komplex ionok képződését nehéz elegáns módon bemutatni: az amminkomplexek legtöbbször nem elég stabilak kristályosan, az EDTA-komplexeket nehéz tisztítani, a hexaciano-ferrát-iont meg KCN-dal kéne előállítani. Itt egy olyan stabil komplex keletkezik, ami már nem adja az oxalátionok jellemző csapadékos reakcióját (a szintén tavalyról ismert Ca-oxalátot), de a reakció biztonságos, és a termék izolálása könnyű (ha az oldatot lassan hagyjuk elpárologni, akkor 2-3 centiméteres gyönyörű kristályok keletkeznek).

Tapasztalataink szerint komoly problémát jelent a diákoknak a színek leírása. Ennek gyakoroltására nehéz nem bugyuta feladatot találni, szerencsére itt, a régi közleményben szereplő, részben hibás megnevezések javításával, nemcsak „életszagú”, de egyben komoly környezetben lehet demonstrálni a színek helyes megnevezésének fontosságát.

Érdeemes lenne ezt a szép komplexet nem egy egyszeri versenyfeladat erejéig feltámasztani 200 éves tetszhalálából, hanem esetleg tartósan beépíteni egy-egy szakkör tematikájába, hisz előállítása és vizsgálata nem igényel olyan anyagot vagy felszerelést, ami egy szerencsés iskolai labornak ne állna rendelkezésére.