



Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny
Kémia I. kategória
3. forduló
1. feladat

Budapest, 2019. március 23.

Hidrogén-peroxid-oldat összetételének vizsgálata

A hidrogén-peroxid szobahőmérsékleten is lassan bomlik oxigénfejlődés közben. Általában 30 vegyesszázalékos (helyesen fogalmazva 300 g/dm^3 tömegkoncentrációjú) vizes oldatban árujják. Az oldat többnyire a bomlási reakciót lassító adalékokat is tartalmaz, de néhány hónap után így is érdemes ellenőrizni az oldat összetételét.

A feladat elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen 90 perc áll rendelkezésére. A kiadott eszközökön kívül kizárólag számológép használható. Az eszközöket újr felhasználás esetén szükség szerinti alaposan mosogassa el!

A kérdésekre adott válaszait alaposan, számolásokkal indokolja!

A rendelkezésre álló eszközök és anyagok listája a mellékletben található.

Az egyetemes gázállandó: $8,314 \text{ J mol}^{-1}\text{K}^{-1}$.

A kódszámát minden lapra írja rá!

Gyors becslés

Ha a hidrogén-peroxid-mintát mosogatószerrel elkeverve reakcióra készítjük, a fejlődő hab térfogatából következtetni tudunk a minta hatóanyag-tartalmára.

Az asztalán található kis fiolában ismeretlen összetételű hidrogén-peroxid-oldat van.

A habképződést egy 100 cm^3 -es mérőhengerben fogja vizsgálni. Ez legyen nagyon tiszta, de némi nedvesség nem jelent problémát.

1. kísérlet: Töltsön 1 cm³ tömény mosogatószert a mérőhengerbe a műanyag fecskendővel! Szórjon egy kiskanálnyit (spatula kisebb vége) a bomlást katalizáló mangán-dioxidból a mosogatószerbe, és rázogatva keverje el! Ehhez a keverékhez az automata pipettával (használata a feladatlap végén) adagoljon gyorsan 1,000 cm³-t az ismeretlen oldatból! Az asztalra állítva a mérőhengert, várja meg a gázfejlődés végét, és olvassa le a hab térfogatát! A hőmérőt a habba belenyomva olvassa le a fejlődött gáz hőmérsékletét! A gyakorlat idején mérhető légköri nyomást a laboratóriumban közlik majd. Szükség szerint ismétlje meg a mérést!

A leolvasott térfogatok és hőmérsékletek:

--

Mérés és pontosság: 3 pont

Írja fel a lejátszódó reakció egyenletét!

--

1 pont

Hány cm³ gáz fejlődött? Számítsa ki a hidrogén-peroxid tömegkoncentrációját az ismeretlen oldatban! Legyen egyértelmű, hogy mely méréseit és hogyan átlagolta!

--

Az ismeretlent tartalmazó fiola jele:

Koncentráció:

2 pont

2. kísérlet: Töltsön 1 cm³ tömény mosogatószer a mérőhengerbe a műanyag fecskendővel! Az automata pipettával adagoljon hozzá 0,500 cm³-t az ismeretlen hidrogén-peroxid-oldatból! Gyorsan zúdítsa még a hengerbe 15 cm³ 0,25 M kálium-permanganát-oldat és 5 cm³ 20%-os kénsavoldat keverékét! Az asztalra állítva a mérőhengert várja meg a gázfejlődés végét, és olvassa le a hab térfogatát! A hőmérőt a habba belenyomva olvassa le a fejlődött gáz hőmérsékletét! Szükség szerint ismétlje meg a mérést!

A térfogatok és hőmérsékletek:

--

Mérés és pontosság: 3 pont

Írja fel a lejátszódó reakció egyenletét! Ilyen körülmények között a permanganátból mangán(II)-ion keletkezik, a gáz pedig kizárólag a hidrogén-peroxidból származik.

--

1 pont

Hány cm³ gáz fejlődött? Vesse össze számítással az ebből a mérésből kapható hidrogén-peroxid tömegkoncentrációt az előzővel!

Koncentráció:

2 pont

Pontos titrálás

Jóval pontosabb meghatározást tesz lehetővé, ha titrálást végzünk. Egy bevett eljárás, hogy a mintából törzsoldatot készítünk, és ennek részleteit titráljuk savas közegben permanganátoldattal.

A laboratóriumban kb. $0,02 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú KMnO_4 -oldat áll rendelkezésére. A pontos értéket a vegyszeres üvegen találja.

Hány cm^3 ismeretlen összetételű hidrogén-peroxid-oldatból célszerű $100,00 \text{ cm}^3$ törzsoldatot készíteni, ha a törzsoldat $10,00 \text{ cm}^3$ -es részleteit titráljuk savas közegben, és a használt buretta esetén 10 cm^3 az ideális fogyás? Használja az első, mangán-dioxidos mérés adatait az ismeretlen várható koncentrációjaként!

Bemérés:

2 pont

Mérések:

Mérje be a számított mennyiségű ismeretlent az automata pipettával, és készítsen belőle törzsoldatot! A törzsoldat $10,00 \text{ cm}^3$ -es részleteihez 5 cm^3 20%-os kénsavoldatot adva titrálja a permanganát-mérőoldattal! A permanganát első részleteit nagyon lassan adagolja! (Később a keletkező mangán(II)-ion katalizálja és felgyorsítja a reakciót.) Szükség szerint ismétlje meg a mérést!

A fogyások:

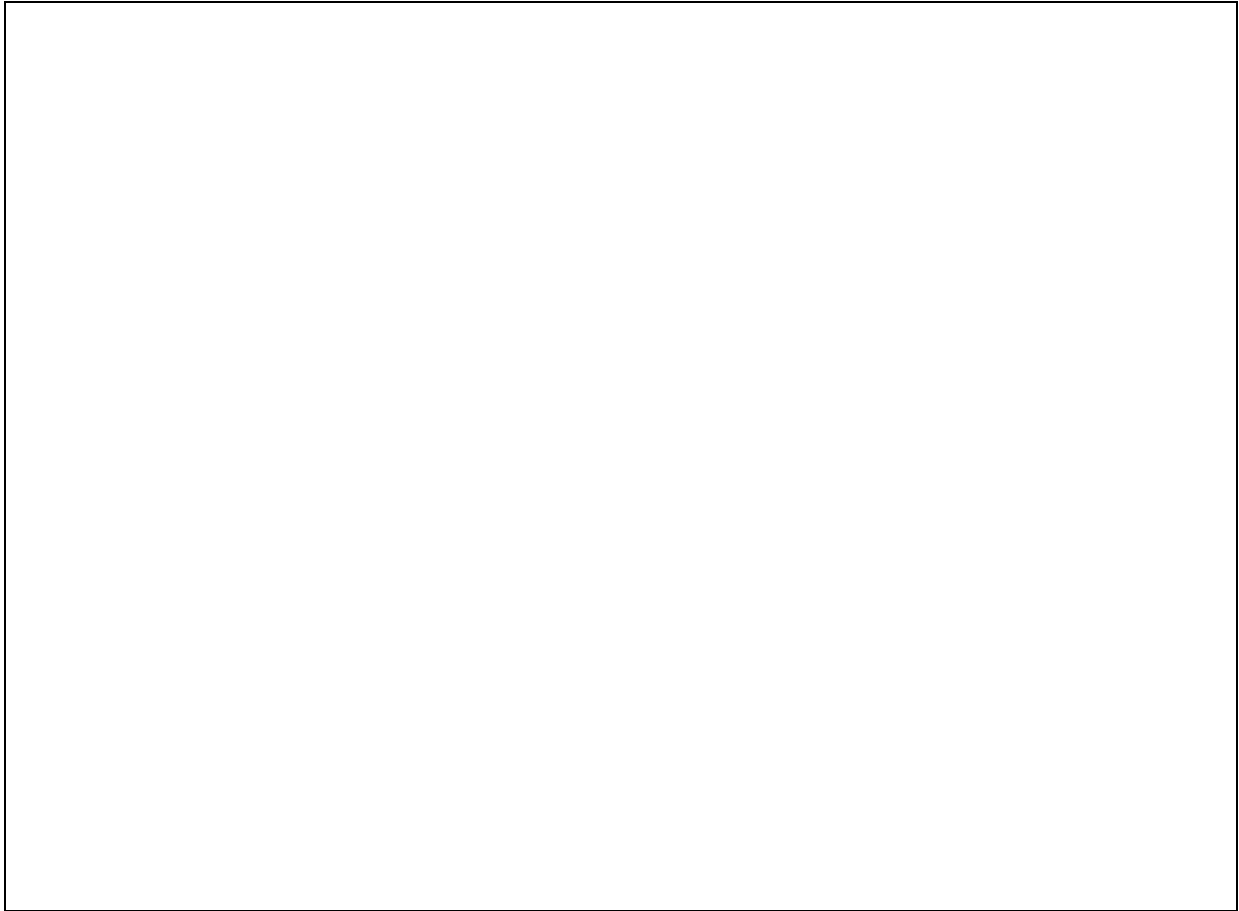
--

Az átlagfogyás:

--

Mérés és pontosság: 12 pont

Számítsa ki a hidrogén-peroxid pontos tömegkoncentrációját az ismeretlen oldatban!



2 pont

MELLÉKLET

Eszközök és anyagok listája

Minden versenyzőnek:

60 cm³ kb. 0,02 mol/dm³ koncentrációjú permanganát-mérőoldat (faktorral)
kis csavaros fiola, benne 20 ml hígított hidrogén-peroxid-oldat (frissen készítve, utolsó pillanatban szétosztva)
100 cm³-es mérőhenger
10 és 25 cm³-es mérőhenger
100 cm³-es mérőlombik
büretta
automata pipetta
10 cm³-es pipetta
pipettalabda
műanyag 5 ml-es fecskendő
mosogatószer
hőmérő, 0-100
4 db főzőpohár (1 kuka, 3 pedig öntögetéshez)
1 műanyag Pasteur-pipetta
fehér csempe
spatula
flaska desztillált víz
3 db titrálólombik
védőszemüveg
papírvatta
feladatlap, melléklettel (6 oldal)
0,25 M KMnO₄
20% kénsav

Asztalonként:

MnO₂ por
gumikesztyű
kémcsőkefe a mérőhenger tisztításához

Az automata pipettákkal kis térfogatokat gyorsan, jól ismételve tudunk kimérni.
Használatuk:

1. A pipettára tiszta, száraz pipettahegyet helyezünk (a folyadék csak ezt érintheti). Figyelni kell a szoros érintkezésre, különben csepeghet a pipetta.
2. Beállítjuk a mérendő térfogatot a nyomógomb tekerésével.
3. Első ütközésig lenyomjuk a dugattyút, és ezzel a levegőt kiszorítjuk a pipettából.
4. A pipettahegy végét a folyadékba merítjük, és lassan feleresztjük a dugattyút, és felszívjuk a beállított térfogatú folyadékot.
5. A céledénybe juttatjuk a folyadékot a dugattyú lassú lenyomásával. Az első ütközés után is tovább toljuk a dugattyút végleges ütközésig, ezzel a folyadék teljes mennyiségét eltávolítjuk a hegyből.

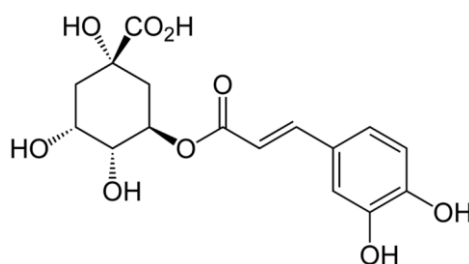


Országos Középiskolai Tanulmányi Verseny
Kémia I. kategória
3. forduló
2. feladat

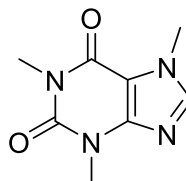
Budapest, 2019. március 23.

Klorogénsav előállítása és vizsgálata

A növényvilágban elterjedt vegyület a klorogénsav. A vegyület nevében a „kloro” tag nem arra utal, hogy az anyag klórt tartalmaz, hanem arra, hogy – bár a vegyület maga színtelen – sok színreakció előfordulásáért felelős. A Fe^{3+} -ionokkal adott reakciója magyarázza például egyes krumplifajták megfeketedését főzés/sütés közben.



klorogénsav



koffein

A klorogénsav nagy, a koffeint meghaladó mennyiségben fordul elő a nyers kávéban. Pörkölés során elbomlik, és e bomlás termékei felelősek zömmel a kávé színéért és ízéért. A klorogénsavnak napjainkban sok (talán túl sok) pozitív egészségügyi hatást tulajdonítanak, így étrend-kiegészítőként is kapható kapszula vagy tablettá formában.

Vizsgálatainkhoz először klorogénsavat fogunk kivonni zöldkávészemekből. Az extrakció lépéseinek „követésére” vékonyréteg-kromatográfiát használunk. A második részfeladatban a klorogénsav- Fe^{3+} színreakció segítségével (kolorimetriás módszerrel) meghatározzuk a zöld kávé klorogénsav-tartalmát.

A feladat elvégzésére és a válaszlap kitöltésére összesen 120 perc áll rendelkezésére. A kiadott eszközökön kívül kizárólag számológép használható. Az eszközöket újranelhasználás esetén szükség szerinti alaposággal mosogassa el!

A kérdésekre adott válaszait alaposan, számolásokkal indokolja!

A rendelkezésre álló eszközök és anyagok listája a mellékletben található.

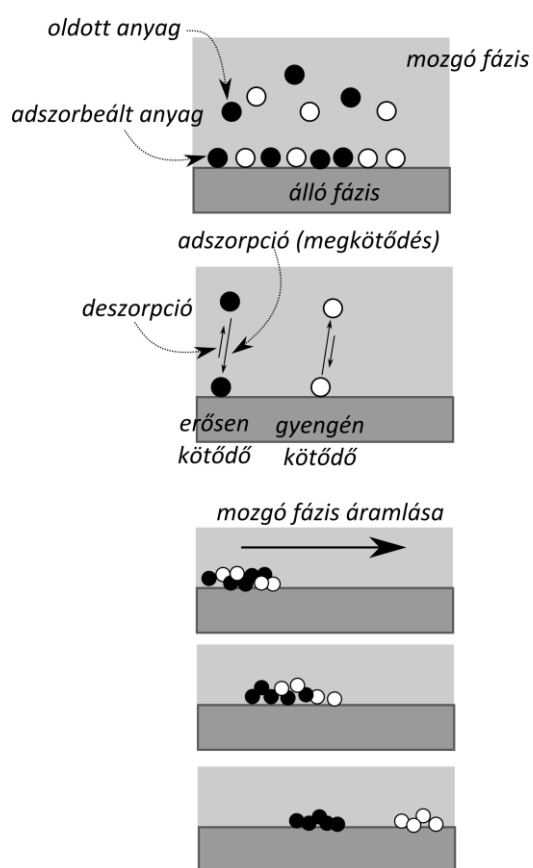
A kódszámát minden lapra írja rá!

Vékonyréteg-kromatográfia (VRK)

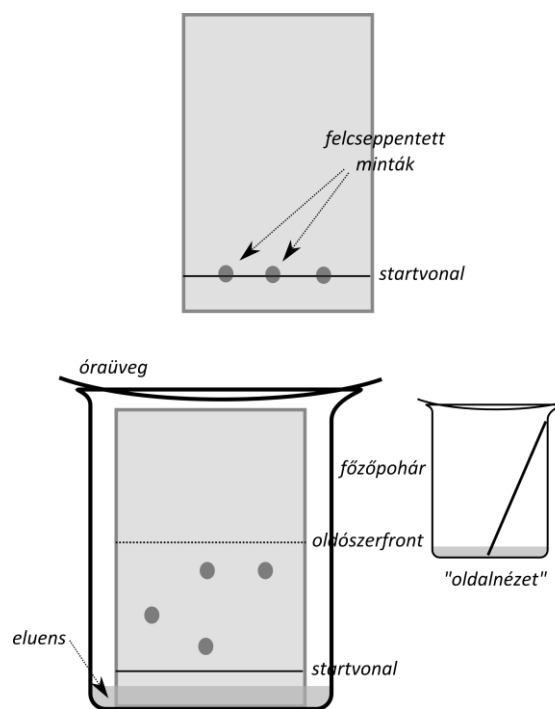
Növényi hatóanyagok izolálásánál, kutatásánál fontos, hogy a sok összetevőből álló növényi kivonatok egyes komponenseit el tudjuk különíteni. Erre különösen hatékony eljárásnak bizonyult a vékonyréteg-kromatográfia (VRK), ami az anyagok szilárd felületen történő megkötődési egyensúlyát (adszorpció) használja ki elegyek elválasztására. Mi is ezt az eljárást fogjuk használni a feladat megoldása során.

Az 1. ábrán látható két anyag viselkedése egy szilárd felületen (adszorbens). A fekete körrel (●) jelölt anyag erősebben, az üres körrel (○) jelölt gyengébben kötődik. Ha a felület fölött egy oldószert áramoltatunk, akkor a két komponenst eltérő mértékben tudja magával ragadni, ezért a két anyag térben elválk egymástól: az erősen adszorbeálódó (●) komponens „lemerad” a gyengén kötődőhöz (○) képest.

A módszer kromatográfiának nevezzük, a szilárd felületet „álló fázisnak”, az oldószert „mozgó fázisnak” vagy eluensnek hívjuk.



1. ábra



2. ábra

A vizsgálat menete:

Álló fázisként egy olyan lemezt használunk, ahol egy vastag alufólia hordozóra egyenletes rétegben szilikagélt ragasztottak. Ez a vékonyréteg különösen alkalmas céljainkra. Kezelése hasonló a szűrőpapírhoz, pl. ollóval vágható, grafittal lehet jelölni stb. Az elválasztás a lap fehér oldalán történik.

Mivel az elválasztás a felületen történik, fontos, hogy a lapot ne fogdossuk össze, hisz az ujjunkról felkenődő zsír jelentősen megváltoztatja a felület kötőképességét. A lapot tehát mindig csak a szélénél, vagy csipesszel szabad megfogni.

1.) Készítse el az eluenst: egy 100 cm³-es főzőpohárba az osztott műanyag cseppentők segítségével adagoljon ki 7 cm³ etil-acetátot, 2 cm³ jégecetot (tisztá ecetsav) és 1 cm³ vizet. Rázással keverje össze az eluenst, és egy óráüveggel fedje le a főzőpoharat! Ugyanazt az edényt és eluenst többször is használhatja, ha az oldószer nem szennyeződik be.

2.) Húzzon a lap rövidebb oldalával párhuzamosan a lap szélétől kb. 1,5 cm-re ceruzával egy csíkot! Ez lesz az ún. startvonal, ide visszük fel az elválasztandó anyagokat (ilyen kis lapon is akár 5-7 mintát). A vonalat mindig tompa, puha ceruzával, vékonyan húzzuk meg, hisz a felkenődő grafit is megváltoztatja a felületet. A hegyes ceruzával pedig a szilikagél réteget is le lehet kaparni.

3.) A minta felviteléhez a vizsgálandó oldatot egy üvegapillárisba hagyjuk felszívódni, és a kapillárist óvatosan, gyorsan a laphoz érintve tudjuk a mintát felvinni az alapvonalra. Fontos, hogy az oldat csak kis foltot (0,5 cm átmérő) hagyjon. **Vigyázat! Az üvegapilláris csúnya sérüléseket okozhat! A munka során rendezetten egy főzőpohárban tartsa őket, vagy a minták mellett, amiknek a felvitelére használta.** Egy kapillárist csak egy mintához használjon. A gyakorlat végén a **kapillárisokat a kihelyezett gyűjtőedénybe dobja!**

4.) Mindenképpen várja meg, hogy a minták foltjai teljesen megszáradjanak. Ezt a fülkében található 80 fokos melegítő lapra téve, óvatos melegítéssel is elérheti.

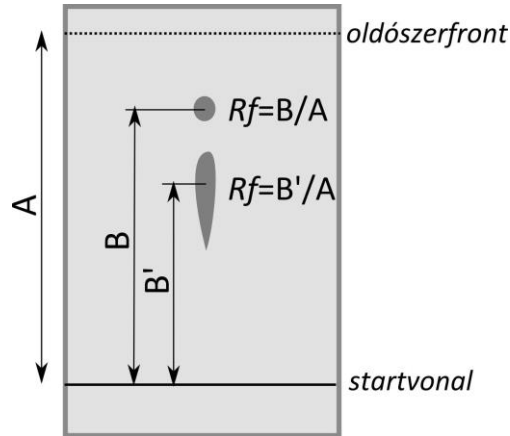
5.) Egy csipesszel állítsa ferdén a pohárba a vékonyréteglapját úgy, hogy a startvonal alul legyen, és a lap ferdén támaszkodjon az edény falára. Fontos, hogy az oldószer szintje a pohárban ne érje el a startvonalat (ld. 2. ábra). Feltétlenül fedje be a főzőpoharat! Ne lötyögtesse a poharat!

6.) Az eluens a kapillaritás miatt elkezd felszívódni a vékonyréteg-kromatográfiás lapon (azaz a kapilláris erő „mozgatja” a mozgó fázist). **Figyeljen arra, hogy az oldószer egyenletes, az oldalra merőleges frontot képezve kússzon fel a lapon! Ha a lap ferde helyzete, vagy az eluens hullámozása miatt az oldószer ferdén fut fel, kezdjen egy új lapot.**

7.) Várja meg, hogy az oldószerfront megközelítse kb. 1 cm-re a lap felső élét, majd vegye ki a lapot a pohárból egy csipesszel. Fektesse le az asztalra, ceruzával jelölje meg az oldószerfront helyzetét, és hagyja a lapot megszáradni. *(Az oldószer felfutásához kb. 10 perc időre van szükség, ezt vegye figyelembe a munka tervezése során.)*

8.) A vizsgált vegyületek színtelenek, a lapon való azonosításuk azért lehetséges, mert az aromás csoport jelenléte miatt elnyelik az ultraibolya (UV) fényt. A vékonyréteg-kromatográfiás lap anyaga 256 nm hullámhosszú UV fény hatására zöld színű fényt bocsát ki és világít (fluoreszkál). Azokon a helyeken, ahol UV fényt elnyelő anyag takarja a lapot, a világítás megszűnik. Tehát a megfelelő növényi komponensek (pl. klorogénsav, koffein) zöld háttér előtt fekete foltokként jelentkeznek. Mivel ez csak UV lámpa alatt látható, a foltokat ceruzával körül kell rajzolni.

Az egyes komponensek jellemzésére szolgál az ún. retenciós faktor, vagy R_f érték. Ezt úgy tudjuk meghatározni, hogy megmérjük az adott komponens foltjának közepének távolságát a startvonaltól, és elosztjuk az értéket a startvonal és a végső oldószerfront távolságával (ld. ábra). Az R_f érték tehát 0 és 1 közötti szám, általában két tizedesjegyre adjuk meg. Ovális, vagy elhúzódtó foltok esetén a folt közepétől (a legsötétebb résztől) mérje a távolságot!



3. ábra

1. feladat: Klorogénsav kinyerése

A feladat célja annak bemutatása, hogy hogyan történhet egy hatóanyag izolálása a rengeteg komponenst tartalmazó növényi „mátrixból”. Az extrakció különböző lépései során a zöld kávé két fontos összetevőjének (koffein és klorogénsav) jelenlétét VRK segítségével fogjuk követni.

A munkánk során többször is végzünk szűrést. Ennek során az oldat (úgynevezett „anyalúg”) felfogására szolgáló Erlenmeyer-lombik szájába beleteszünk egy kisméretű üvegtölcsért. Az előre gyárilag hajtogatott redős szűrőpapírt kihajtogatjuk, és az így kapott kúpot a tölcsérbe helyezzük az alábbi ábra szerint:



Öntsük a szűrendő oldatot a tölcsérbe. A szűrés után a használt szűrőpapírt ne rakosgassuk, egyből dobjuk ki a szemetesbe!

A munka menete:

1.) Referenciaoldatok készítése. Vegyen egy étrend-kiegészítőként forgalmazott klorogénsav-kapszulát (40 mg klorogénsavat tartalmaz), húzza szét a zselatinkapszulát, és tartalmát szórja egy 50 cm³-es főzőpohárba. (az üres kapszulát dobja ki). Egy másik ilyen főzőpohárba szórjon egy spatulahegynyi koffeint! Mérjen be mérőhengerrel 20-20 cm³ vizet a főzőpoharakba! Mindkét anyagot kevergetéssel oldja! Tegye a poharakat biztonságos helyre!

A klorogénsav-kapszula tartalmaz vízben nem oldódó komponenseket is (cellulózpor), ez a pohár aljára lassan kiülepszik.

2.) Végezzen VRK vizsgálatot a klorogénsav és koffein referenciaoldatokkal!

Határozza meg a két anyag R_f értékét! A kapszula nem tisztán klorogénsavat, hanem egy olyan kivonatot tartalmaz, mely nagyrészt klorogénsavból áll. Mivel a klorogénsav a legnagyobb mennyiségben jelenlévő komponens, így a legintenzívebb foltot az adja a mintában. Ezt vizsgálja!

5 pont

A lapot nem csak 256 nm-es, hanem 365 nm hullámhosszú UV fényvel világító UV lámpa alatt is vizsgálja meg! *Mi tapasztalható a két esetben?*

1 pont

3.) Mérjen be kb. 2,0 g (1,80 – 2,20 g megfelel) zöldkávétörleményt és 20 cm³ desztillált vizet egy 100 cm³-es Erlenmeyer-lombikba! A lombikot helyezze egy 80 °C-os fűtőlapra, és időnként rázogatva hagyja az oldható komponenseket oldódni 15 percig.

Az örlemény pontos tömege:

4.) Egy tiszta 100 cm³-es Erlenmeyer-lombikba szűrje át a zöldkávétörleményt! A visszamaradó szilárd anyag eldobható.

5.) Egy műanyag mintacsőbe vegyen 1,5 cm³ mintát ebből az anyalúgból (**A minta**)

6.) A maradék anyalúghoz szobahőmérsékleten adja hozzá az előre kimért 0,5 g aktív szenet, és rázogassa az elegyet 10 percen keresztül!

7.) Egy másik szűrőn szűrje le az aktív szenes oldatot! Az anyalúgot egy tiszta (kimosott) 100 cm³-es Erlenmeyer-lombikba fogja fel! Vegyen az itt lecsepegett anyalúgból is mintát (**B** minta)! Ha esetleg némi szén átmenne a szűrő pórusain, az nem jelent problémát a későbbi vizsgálatoknál.

8.) Ha már az anyalúg jó része lecsöpögött az aktív szénről, akkor tegye át a tölcéért az aktív szenes szűrővel egy tiszta lombikra, és öntsön 10 cm³ metil-alkoholt a szűrőn levő aktív szénre! A lecsöpögő oldatból is vegyen mintát (**C** minta)!

9.) Végezzen egy VRK vizsgálatot az **A**, **B** és **C** mintákkal és a referenciaoldatokkal!
Ha szükségesnek tartja, végezhet több VRK vizsgálatot is, ehhez (pontlevonás nélkül) kérhet további lapokat is. Végül a 2.) és 9.) ponthoz tartozó, legjobbnak tartott két lapját a kódjával ellátva helyezze egy simítózáras zacskóba, és adja be a verseny végén a dolgozattal együtt!

A VRK vizsgálatoknak alávetett minták közül melyek tartalmaznak koffeint?

5 pont

A vizsgálatok alapján valószínűsíthető-e, hogy zöld kávéból készült a klorogénsav-kapszula kivonata? Milyen megfigyelés utal erre?

1 pont

A koffein vagy a klorogénsav kötődik erősebben az aktív szénhez? Indokolja meg válaszát!

1 pont

A kísérlet alapján hogyan lehetne tiszta klorogénsav-kivonatot készíteni? Indokolja meg válaszát!

1 pont

2. feladat: Klorogénsav-tartalom meghatározása szín-összehasonlításos módszerrel

Ebben a feladatrészben a zöld kávé klorogénsav-tartalmát fogjuk közelítő pontossággal meghatározni a klorogénsav és a Fe^{3+} ionok közötti színreakció segítségével.

A kialakuló szín függ a pH-tól, ezért a vizsgálatot egy 7,5-ös pH-jú ammónium-szulfát – ammónia pufferoldatban végezzük.

Egy kémcsőbe tegyen 3 cm^3 puffert, adjon hozzá pár cseppet a klorogénsav referenciaoldatból, majd pár csepp $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -oldatot!

Mit tapasztal?

Egy másik kémcsőben csak a pufferhez adja a $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -oldatot!

Mit tapasztal? Mi magyarázza a jelenséget?

2 pont

A klorogénsav-tartalom meghatározásához az 1. feladatrészben készített klorogénsav referenciaoldatot fogjuk használni.

A szín-összehasonlításhoz készítsen hígítási sort! A klorogénsav referenciaoldatból mérjen egy cseppentővel 3 cm^3 -t egy kémcsőbe, és adjon hozzá 3 cm^3 pufferoldatot! A kémcső tartalmát keverje alaposan össze, majd vegyen ki belőle 3 cm^3 -t, és adagolja egy második kémcsőbe, ahol újabb 3 cm^3 pufferrel keveri össze. Így sorban haladva készítsen összesen 8 oldatot, melyek tehát az eredeti referenciaoldathoz képest rendre kétszer, négyszer, nyolcszor stb. hígabbak. A továbbiakban ezeket 1-8. számokkal jelöljük, ahol az 1. oldat a legtöményebb.

Vegyen ki az A mintából az osztott cseppentő segítségével 1 cm^3 -t, és egy főzőpohárban adjon hozzá 39 cm^3 puffert. Keverje össze az elegyet, és vegyen egy kémcsőbe $1,5 \text{ cm}^3$ -t belőle. Hígítsa kétszeresére pufferrel! Ez lesz a 9. sorszámú oldat.

Adjon az 1-9. oldatokhoz $0,25\text{-}0,25 \text{ cm}^3$ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -oldatot, és rázza össze a kémcsöveket.

Figyelem! A szín mélysége idővel lassan változik, ezért a $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -oldat hozzáadása után a vizsgálatot halogatás nélkül, minél gyorsabban kell elvégezni!

Állapítsa meg, hogy a **9. oldat** színe melyik két összehasonlító minta közé esik, vagy melyikkel egyezik!

1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.
----	----	----	----	----	----	----	----

3 pont

Számítsa ki az 1. oldat klorogénsav-tartalmát tömegkoncentrációban megadva!

1 pont

Eredményei alapján számolja ki, hogy mely határok közé esik a zöldkávé-őrlemény klorogénsav-tartalma (m/m%-ban)! Tételezze fel, hogy az összes savat sikerült kioldania!

2 pont

MELLÉKLET

Eszközök és anyagok listája

Minden versenyzőnek:

VRK lap zacskóban
puha ceruza
csipesz
kapillárisok
vonalzó
spatula
kis üvegbot
100-as főzőpohár futtatóedénynek
25-ös mérőhenger
óraüveg
műanyag osztott Pasteur (10 db 3 ml, 3 db 1 ml)
3 db 50-es főzőpohár
2 db 100-as Erlenmeyer
2 db kis tölcsér
3 kis mintacső, tartóval
klorogénsav kapszula
zöldkávé-őrlemény (2 g-ot mér ki)
előre kimért 0,5 g aktívszén
12 kiskémcső és állvány
100 ml 0,1 M ammónium-szulfát puffer (1 csepp tömény ammóniával 7,5 pH)
0,1 M $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ -oldat
etil-acetát
jégecet
metanol
koffein
flaska desztillált víz
védőszemüveg
2 db szűrőpapír (előre hajtogatott)
papírvatta
feladatlap, melléklettel (6 oldal)

Asztalonként:

gumikesztyű
kétféle UV lámpa a fülkében (laboronként 2x2)
olló
mérlegek
rezsó a fülkékben 80 fokra állítva

