

40th International
Chemistry Olympiad

Kísérleti feladatok

2008. július 15.
Budapest, Magyarország

Instrukciók

- A feladat leírása 10 oldalból, míg a válaszlap 5 oldalból áll (1. és 2. feladat: 8+4, 3. feladat: 2+1).
- Az **1. és 2. feladatra 3 órád van**. Ezután egy rövid szünetre el kell hagynod a labort. A szünetben a laboratóriumi segítők kicserélik az üvegeszközöket és vegyszereket az asztalodon. Ezután **2 órád** lesz a **3. feladat** megoldására.
- Csak a START utasítás elhangzása után kezdhetsz el dolgozni! Ha bármelyik részben elhangzik a STOP utasítás, akkor azonnal hagyd abba a munkát! Ha 3 percnél tovább késlekedsz, érvénytelenítik a gyakorlati fordulódát!
- Tartsd be az IChO szabályzat **biztonsági előírásait**! A laboratóriumi tartózkodásod egész ideje alatt viselj **védőszemüveget** vagy – ha engedélyezik – a saját szemüvegedet! Használd a kihelyezett **pipettalabdát**! Használj **kesztyűt** a szerves vegyszerekkel való munkához!
- Ha megszeged a biztonsági előírásokat, a laboratórium felügyelő csak **EGYSZER FIGYELMEZTET**. A második esetben el kell hagynod a labort és nulla pontot kapsz a gyakorlati fordulóra.
- Ne habozz szólni a labor felügyelőknek, ha kérdésed van a biztonsági előírásokkal kapcsolatban, vagy el kell hagynod a termet!
- Csak a kapott tollat és számológépet használd!
- Írd fel a **neved és kódod minden egyes válaszlapra**! Ne szedd szét a lapokat!
- Minden eredményedet a válaszlap megfelelő területére írd! A területen kívül eső írományokat nem értékeljük. Ha piszkos papírra van szükséged, akkor használd a lap másik oldalát!
- Néhány üvegeszközt a labor munka során többször kell használnod. Gondosan mosd el őket és tedd vissza magadhoz!
- Használd a fülke alatt lévő **hulladékoldószer-gyűjtőket („waste”)** az 1. feladat szerves oldószereinek gyűjtéséhez, valamint a 3. feladat minden hulladékához.
- A számszerű válaszokat elváró feladatoknál ügyelj arra, hogy az **értékes jegyek** száma megfeleljen a mérési hibaterjedés szabályainak. Ezeket a hibákat akkor is pontlevonással jutalmazzuk, ha a laboratóriumi munka egyébként hibátlan!
- A vegyszerek és eszközök **pótlását** büntetik. Minden ilyen esetben (kivéve a legelsőt) **1 pontot vesztesz** a 40 gyakorlati pontodból.
- Amikor befejezed egy részét a fordulónak, akkor a válaszlapodat a kikészített borítékba el kell rejtened! Ne zárd le a borítékot!
- A hivatalos angol változatot bármikor elkérheted a verseny során, ha valami nem világos.

Eszközök

Közös használatban a laborban:
70 °C-ra beállított fűtő blokk a fülkében
Desztillált vizes (H ₂ O) kannák újratöltéshez
Latex kesztyűk (ha allergiás vagy rá, akkor kérhetsz másfajta)
Hulladékgyűjtő az 1. (szerves folyadékok) és a 3. feladathoz (minden folyadék)
Törött üveg és kapilláris gyűjtő
Minden asztalon:
Védőszemüveg
Hőpuska
Alkoholos filc
Ceruza és vonalzó
Stopper (A felügyelőtől megkérdezheted a használatát. Megtarthatod.)
Csipesz
Spatula
Üvegbot
Csempe
Papírvatta
Desztillált vizes spriccflaska
9 db Eppendorf-cső habállványban
VRK lap feliratozott zárható tasakban
Műanyag fecskendő (100 cm ³) polipropilén szűrőkorong
Pipettalabda
14 db osztásos Pasteur-pipetta
Petri-csésze a kódoddal bekarcolva
Büretta
Állvány és fogó
Pipetta (10 cm ³)
2 főzőpohár (400 cm ³)
Főzőpohár óraüveg-fedővel és szűrőpapírcsíkkal a VRK-hoz
10 db kapilláris
2 db osztásos mérőhenger (25 cm ³)
3 db Erlenmeyer-lombik (200 cm ³)
Főzőpohár (250 cm ³)
2 db főzőpohár (100 cm ³)
Tölcsér
Mérőlombik (100 cm ³)
30 db kémcső állványban*
Indikátorpapír és pH-skála zárható tasakban*
Fa kémcsőfogó*
2 db dugó kémcsőhöz*

* Csak a 3. feladathoz fogják kiadni

Vegyszerek

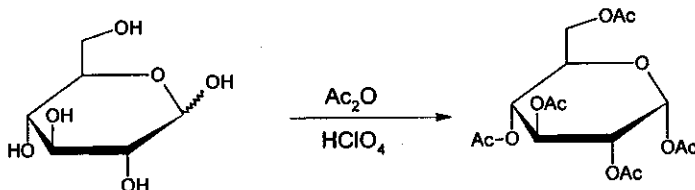
4–6 főre	R kód	S kód
0,025 mol/dm ³ -es ferroin-oldat	52/53	
0,2 % difenilamin ((C ₆ H ₅) ₂ NH) cc. H ₂ SO ₄ -as oldata	23/24/25-33-35-50/53	26-30-36/37-45-60-61
0,1 mol/dm ³ -es K ₃ [Fe(CN) ₆]-oldat	32	
Forrkő		
Minden asztalon:		
50 mg vízmentes ZnCl ₂ kis kémcsőben (a habállványban, kóddal feliratozott)	22-34-50/53	36/37/39-26-45-60-61
100 mg β-D-glükopiranoz pentaacetát (BPAG felirattal)		
3,00 g vízmentes glükóz, C ₆ H ₁₂ O ₆ , előre lemérve fiolában		
(CH ₃ CO) ₂ O Erlenmeyer-lombikban (12 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
(CH ₃ CO) ₂ O fiolában (10 cm ³)	10-20/22-34	26-36/37/39-45
CH ₃ COOH fiolában (15 cm ³)	10-35	23-26-45
CH ₃ OH fiolában (10 cm ³)	11-23/24/25-39	7-16-36/37-45
HClO ₄ 30%-os CH ₃ COOH-oldata fiolában (1 cm ³)	10-35	26-36/37/39-45
1:1 izobutil-acetát / izoamil-acetát elegy fiolában (20 cm ³), „ELUENT”-ként feliratozva	11-66	16-23-25-33
kóddal ellátott szilárd K ₄ [Fe(CN) ₆]·3H ₂ O minta kis lombikban	32	22-24/25
kóddal és koncentrációval feliratozott ZnSO ₄ -oldat (200 cm ³)	52/53	61
0,05136 mol/dm ³ -es Ce ⁴⁺ -oldat (80 cm ³)	36/38	26-36
1,0 mol/dm ³ -es H ₂ SO ₄ -oldat (200 cm ³)	35	26-30-45
Ismeretlenek oldatai a 3. feladathoz (a 3. feladat előtt osztják ki)	1-26/27/28-32-35-50/53	24/25-36/39-61

Risk and Safety Phrases

Indication of Particular Risks			
1	Explosive when dry	33	Danger of cumulative effects
10	Flammable	34	Causes burns
11	Highly Flammable	35	Causes severe burns
22	Harmful if swallowed	39	Danger of very serious irreversible effects
32	Contact with concentrated acids liberates very toxic gas		
Combination of Particular Risks			
20/22	Harmful by inhalation and if swallowed	36/38	Irritating to eyes and skin
23/24/25	Toxic by inhalation, in contact with skin and if swallowed	50/53	Very toxic to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment
26/27/28	Very Toxic by inhalation, in contact with skin and if swallowed	52/53	Harmful to aquatic organisms, may cause long-term adverse effects in the aquatic environment
Indication of Safety Precautions			
7	Keep container tightly closed	30	Never add water to this product
16	Keep away from sources of ignition - No smoking	33	Take precautionary measures against static discharges
22	Do not breathe dust	36	Wear suitable protective clothing
23	Do not breathe fumes/vapour	45	In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show label where possible)
25	Avoid contact with eyes	60	This material and/or its container must be disposed of as hazardous waste
26	In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice	61	Avoid release to the environment.
Combination of Safety Precautions			
24/25	Avoid contact with skin and eyes	36/37/39	Wear suitable protective clothing, gloves and eye/face protection
36/37	Wear suitable protective clothing and gloves		

1. feladat

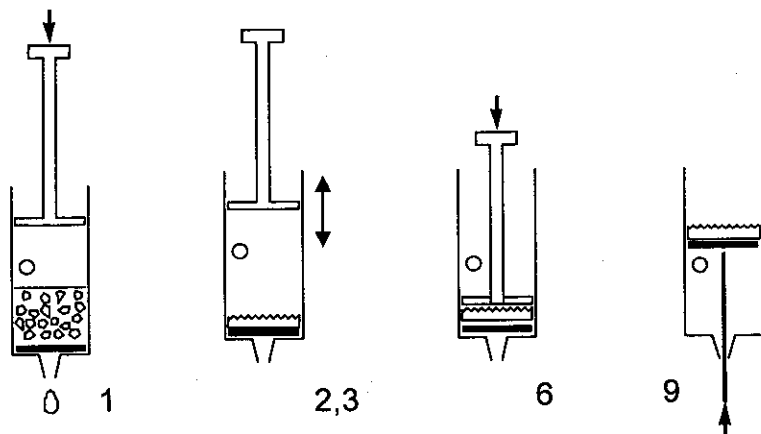
Az α -D-glükopiranoz pentaacetát előállítása



Figyelem! Használj kesztyűt, amikor az ecetsavval és ecetsavanhidriddel dolgozol! Szólj a laborfelügyelőnek, ha valamelyik reagens kifolyik!

Adj 12 cm^3 tiszta ecetsavat (az Erlenmeyer lombikban található) 12 cm^3 ecetsavanhidridhez, keverd össze, majd adj hozzá $3,00\text{ g}$ glükózt (az ecetsavanhidridet feleslegben alkalmazzuk)! Egy Pasteur-pipetta segítségével adj hozzá 5 csepp 30%-os ecetsavas HClO_4 -oldatot! A katalizátor hozzáadása után az oldat számottevően felmelegedhet. Lefedve tedd félre az elegyet 10 percre és időnként rázd össze! Öntsd a reakcióelegyet 100 cm^3 vízre egy főzőpohárban! Kapargasd a főzőpohár falát üvegbottal, hogy ezzel elősegítsd a kristályosodás beindulását, majd hagyd 10 percig kristályosodni az elegyet! Szűr le a csapadékot, majd mosd kétszer 10 cm^3 vízzel! A szűréshez fecskendő és porózus polipropilén szűrőkorongot használj!

Szűrés műanyag fecskendővel

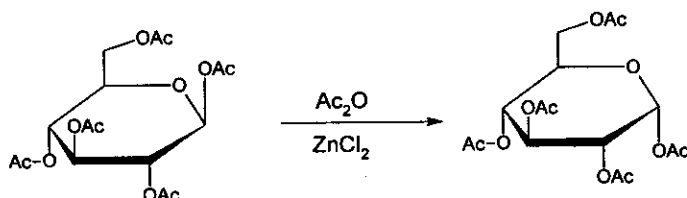


- Húzd ki a dugattyút! Tölts bele felülről a fecskendőbe abból a szuszpenzióból, amit szűrni szeretnél! A fecskendőt a lyuk szintjéig lehet megtölteni. Helyezd vissza a dugattyút!
- Fogd be a lyukat az ujjaddal és told be a dugattyút egészen a lyukig!
- Tedd szabaddá a lyukat és húzd vissza a dugattyút! Ne szívj át levegőt a szűrőn!
- Ismételd meg a 2–3 lépéseket néhányszor, hogy a folyadékot eltávolítsd!
- Ismételd meg az 1–4 lépéseket addig, amíg minden szilárdanyag a szűrőre kerül!
- Nyomd a dugattyút a szűrőpogácsára és préseld ki a folyadékot!
- Mosd a terméket kétszer 10 cm^3 vízzel az 1–4 lépések szerint!
- Nyomd a dugattyút még egyszer a szűrőpogácsára és préseld ki a vizet!
- Miközben befogod a lyukat, húzd ki a dugattyút és a szűrőpogácsát a fecskendőből! (A spatula végével is ki tudod nyomni.)

- a) Tedd a terméket a kódoddal ellátott Petri-csészébe! Hagyd ott az asztalon! A szervezők megszáritják, lemérik és ellenőrzik a tisztaságát.
- b) Számítsd ki a termékedre az elméleti termelést (tömeget) grammal! ($M(C) = 12$ g/mol, $M(O) = 16$ g/mol, $M(H) = 1,0$ g/mol)

Az α -D-glükopiranoz pentaacetát előállítása β -D-glükopiranoz pentaacetátból

Az α -D-glükopiranoz pentaacetát egy alternatív előállítása a könnyen hozzáférhető β -D-glükopiranoz pentaacetátból indul ki. Ebben a kísérletben ennek a reakciónak a kinetikáját fogjuk tanulmányozni vékonyréteg-kromatográfiával (VRK).



Adj $1,5 \text{ cm}^3$ ecetsavanhidridet 50 mg vízmentes ZnCl_2 -hoz (a kis kémcsőbe előre be van mérve)! Adj hozzá 100 mg tiszta β -D-glükopiranoz pentaacetátot (BPAG), majd rázogasd addig, amíg fel nem oldódik! Tegyel három cseppet ebből az elegyből egy Eppendorf-csőbe és adj hozzá $0,5 \text{ cm}^3$ metanolt majd tedd el!

Tedd a kémcsövet az asztalodhoz legközelebbi fülkében található fűtő készülékbe, az előre 70°C -ra melegített fűtő blokkba! Időnként rázd össze a kémcső tartalmát! A reakció során – 2, 5, 10 és 30 perc elteltével – vegyél a reakcióelegyből három-három csepp mintát a Pasteur-pipettával! A mintákat azonnal rázd össze $0,5 \text{ cm}^3$ metanollal egy Eppendorf-csőben, hogy a reakciót megállítsd!

Készíts egy VRK lapot a gyűjtött mintákból a reakció kinetikájának vizsgálatához! A referenciavegyületeket is vidd fel, hogy azonosítani tudd a lapon látható foltokat! Jelöld be a startpontokat ceruzával, majd futassd meg a lapot izobutil-acetát / izoamil-acetát (1:1) elegyében! A kész lapot hevítsd hőpuskával (fülke alatt!), hogy a foltok láthatóvá váljanak (a színek idővel nem változnak)! Pontlevonás nélkül kérhetsz második VRK lapot, ha a biztos kiértékeléshez szükséged van rá.

- c) Vázold a válaszlapon a VRK lapodat és hagyd ott az asztalon egy feliratozott zárható műanyag tasakban!
- d) A válaszlapon található kérdések megválaszolásával értelmezd a kísérleti tapasztalataidat!

2. feladat

Amikor kálium-hexacianoferrát(II)-ot ($K_4[Fe(CN)_6]$) adunk cinkionokat tartalmazó oldathoz, akkor pillanatszerűen egy oldhatatlan csapadék keletkezik. A feladatod az, hogy meghatározd ennek a kristályvizet nem tartalmazó csapadéknak a sztöchiometriai összetételét. A csapadékképződési reakció kvantitatív és olyan gyors, hogy titráláshoz is lehet használni. A végpontot egy redoxindikátorral lehet jelezni. Először azonban a kálium-hexacianoferrát(II)-oldat koncentrációját kell meghatározni.

$K_4[Fe(CN)_6]$ -oldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása

Oldd fel a szilárd $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3 \cdot H_2O$ ($M = 422,41$ g/mol) mintát a kis Erlenmeyer lombikban és kvantitatívan mosd át a $100,00$ cm³-es mérőlombikba! Mérj ki $10,00$ cm³-es részleteket a kálium-hexacianoferrát(II)-oldatból! A titrálás előtt adj minden mintához 20 cm³ 1 mol/dm³-es kénsavat és két csepp ferroinindikátor-oldatot! Titráld meg $0,05136$ mol/dm³-es Ce^{4+} -oldattal! Szükség szerint ismételd meg a titrálást! A cérium(IV) erős oxidálószer, savas oldatban $Ce(III)$ képződik belőle.

- Add meg a Ce^{4+} -oldat fogyását!
- Add meg a titrálás reakcióegyenletét! Mennyi volt a $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ mintád tömege?

A cink- és a kálium-hexacianoferrát(II)-ionok reakciója

Vegyél $10,00$ cm³ hexacianoferrát(II)-oldatot, majd adj hozzá 20 cm³ 1 mol/dm³-es kénsavat! Adj hozzá 3 csepp indikátoroldatot (difenilamin) és két csepp $K_3[Fe(CN)_6]$ -oldatot! Az indikátor csak akkor működik, ha a minta tartalmaz valamennyi hexacianoferrit(III)-et ($[Fe(CN)_6]^{3-}$). Kékes ibolyaszín megjelenéséig titrálj lassan cinkoldattal! Szükség szerint ismételd meg a titrálást!

- Add meg a cinkoldat fogyását!
- A válaszlapon feltett kérdések megválaszolásával értelmezd a titrálást!
- Határozd meg a csapadék képletét!

Megjegyzés: Nem feltétlenül arra a mérésre jár a maximális pontszám, amely az elméleti értéket adja vissza.

3. feladat

Figyelem! Az ismeretleneket úgy kezeld, mintha mérgezőek és korrozívak lennének! A szemetet csak a megfelelő gyűjtőbe öntheted ki!

A hőpuska a kiáramló levegőt 500°C-ig melegíti fel. Ne irányítsd a kiáramló levegőt éghető anyagra vagy testrészre! Legyél óvatos a hőpuska forró fémvégével!

A kilövellés elkerülése végett melegítés előtt mindig tegyél egy darabka forrkövet a folyadékokba! Ne irányítsd a melegített kémcső száját emberi lényre!

Nyolc ismeretlen vizes oldatod van. Mindegyik oldat egy vegyületet tartalmaz. Ugyanaz az ion többször is előfordulhat. Mindegyik vegyület formálisan egy kationt és egy aniont tartalmaz a következő listából:

Kationok: H^+ , NH_4^+ , Li^+ , Na^+ , Mg^{2+} , Al^{3+} , K^+ , Ca^{2+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Sr^{2+} , Ag^+ , Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} , Bi^{3+}

Anionok: OH^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- , CH_3COO^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, NO_2^- , NO_3^- , F^- , PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , SO_4^{2-} , HSO_4^- , S^{2-} , HS^- , Cl^- , ClO_4^- , MnO_4^- , Br^- , I^-

Csak kémcsövek, melegítés, desztillált víz és pH-papír áll a rendelkezésedre, egyéb reagensről ne is álmodj!

Azonosítsd a vegyületeket az 1-8-cal jelzett oldatokban! Használhatod a következő oldalon található táblázatot, amely egyes anionok oldhatósági adatait foglalja össze. Ha nem tudod pontosan azonosítani egy iont, akkor a lehető legkevesebb szóba jövő iont add meg!

Megjegyzések:

A levegővel való kölcsönhatás következtében az ismeretlenek kevés szennyezést tartalmazhatnak. Minden oldat koncentrációja 5 tömeg% körül van, azaz a főkomponensektől jól látható csapadékképződést lehet várni. Egyes esetekben a csapadékképződés nem pillanatszerű, egyes anyagok túltelített oldatokat képezhetnek egy darabig. Ne könyvelj el negatív eredményt elhamarkodottan, várj 1–2 percet, ha szükséges! Mindig alaposan figyeld meg minden részletét a reakciónak!

Ne feledkezz meg arról, hogy a melegítés minden folyamatot felgyorsít, növeli a legtöbb anyag oldhatóságát, és elindíthat olyan reakciókat, amelyek szobahőmérsékleten nem mennek végbe!

Oldhatóságok 25 °C-on

	NH ₄ ⁺	Li ⁺	Na ⁺	Mg ²⁺	Al ³⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Cl ³⁺	Mn ²⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Sr ²⁺	Ag ⁺	Sn ²⁺	Sn ⁴⁺	Sb ³⁺	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Bi ³⁺	
CH ₃ COO ⁻														HR			1.0	↓	↓	↓				↓
C ₂ O ₄ ²⁻			3.6	↓					↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		↓	↓	↓
NO ₂ ⁻	HR				HR			HR		↓ R				HR	↓		0.41 (Y)	↓ R	↓	↓				↓
NO ₃ ⁻																								
F ⁻		0.13		↓	0.5		↓	4.0	1.0	↓ (W)	↓ (W)	1.4	2.6	↓	1.6	↓						0.16	↓	↓
SO ₄ ²⁻							0.21										0.84		↓	↓		↓	↓	
PO ₄ ³⁻	HR	↓		↓	↓		↓	↓	↓	↓ (W)	↓	↓ (P)	↓	↓	↓	↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
HPO ₄ ²⁻		↓		↓	↓		↓	↓	↓	↓ (W)	↓	↓ (P)	↓	↓	↓	↓	↓ (Y)	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
H ₂ PO ₄ ⁻					HR		1.0	HR	HR		↓ (W)	HR		↓	↓	HR	↓ (Y)	↓	↓	↓		HR	↓	↓
ClO ₄ ⁻						2.1																		
MnO ₄ ⁻	HR							HR	↓ R	R		HR					0.91	R		R		↓ R		
Br ⁻																	↓ (Y)						0.98	
I ⁻										R				↓ R			↓ (Y)	1.0					↓ (Y)	↓ (B)

Üres: oldható anyag ↓: oldhatatlan anyag R: redoxi reakció
 HR: Szobahőmérsékleten oldható. Forró oldatban reakció (nem feltétlenül csapadékképződés) észlelhető.
 Oldhatóság g (anyag) / 100 g víz. Csak azok a pontosan ismert adatok vannak feltüntetve, amelyek 0,1 és 4 közé esnek.
 Azok a csapadékok, amelyeknek a színe jelentősen különbözik a hidratált ionjaik színétől: (B) = fekete, (P) = lila, (W) = fehér, (Y) = halványárga, (Y) = sárga.

Név:

Kód: Hun-

1. feladat

Az összes 10%-a

1a	1b	1c	1d	1. feladat
30	2	12	4	48

a) A termék kitermelése grammban, a szervezők mérik le:

b) Számítsd ki a termékedre az elméleti termelést grammban!

Elméleti termelés:

c) Vázold a VRK lapodat és hagyd ott az asztalon, hogy értékelhessék!

d) **Értelmezd a kísérletedet, válaszd ki a helyes választ!**

A glükóz acetilezése exoterm folyamat.

- a) Igen.
- b) Nem.
- c) Az elvégzett kísérletek alapján nem dönthető el.

A β -D-glükopiranoz pentaacetát izomerizációjával tisztán előállítható az α -D-glükopiranoz pentaacetát.

- a) Igen.
- b) Nem.
- c) Az elvégzett kísérletek alapján nem dönthető el.

2. feladat**Az összes 15%-a**

2a	2b	2c	2d	2e	2. feladat
25	4	25	6	5	65

a) Ce^{4+} -fogyás:

Átlagos fogyás (V_1):

b) A titrálás egyenlete:

A minta tömegének kiszámítása:

$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ tömeg (m):

c) Cinkfogyás:

Átlagos fogyás (V_2):

d) Jelöld meg a helyes választ!

A difenilamin-indikátor a végpontban megváltoztatja a színét,

- a) mert a Zn^{2+} -ionok koncentrációja nő.
 b) mert a $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ -ionok koncentrációja csökken.
 c) mert a $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ -ionok koncentrációja nő.
 d) mert az indikátor felszabadul komplexéből.

Név:

Kód: Hun-

Az indikátor melyik alakja van jelen a titrálás végpontja előtt?

- a) Oxidált.
 b) Redukált.
 c) A fémionhoz komplexált.

A titrálás elején a hexacianoferrát(II)/hexacianoferrit(III) rendszer redoxpotenciálja kisebb, mint a difenilamin-indikátor redoxpotenciálja.

- a) Igaz.
 b) Hamis.

e) Állapítsd meg a csapadék képletét! A számítás menete:

A csapadék képlete:

Kicserélt eszköz/újra töltött anyag:

Versenyző aláírása:

Felügyelő aláírása:

Név:

Kód: Hun-

3. feladat

Az összes 15%-a

3. feladat
108

Csak akkor töltsd ki ezt a táblázatot, ha kész vagy az azonosítással!

	1	2	3	4	5	6	7	8
Kation								
Anion								