

**Chemistry for Life,
Chemistry for better Life**



Laboratóriumi feladatok



**2006. július 5.
Gyeongsan, Korea**

Általános instrukciók

- 5 óra áll rendelkezésedre a Laboratóriumi feladatok elvégzésére. Gazdálkodj jól az időddel. Körbelül 1 óra jut az 1. feladatra (10 pont) és 2-2 óra a 2. feladatra (15 pont) és a 3. feladatra (15 pont).
- Írd fel a neved és kódod minden válaszlapra!
- A feladatlap és a válaszlap is 7-7 számozott oldalból áll.
- A válaszokat és a számításokat is a kijelölt/bekeretezett területre írd!
- Csak a kiadott tollat, vonalzót és számológépet használd!
- A feladatok eredeti (angol) változata kérésre megtekinthető.
- A spektrofotométer, a C-18 oszlop és a pipetta-dugattyú használati útmutatója és a magyarázó fényképek egy külön lapon találhatóak.
- A kiadott mennyiségen túl további ismeretlen, vegyszer és eszköz darabonként 1 büntetőpontért igényelhető (kivéve a desztillált vizet, ami büntetés nélkül is utántölthető).
- Ha a WC-re vágyódsz, kérj eltávozási engedélyt.
- A Laboratóriumi feladatok befejezése után minden lapot (Feladatok és Válaszlap) tegyél be a kiadott borítékba és zárd le!
- Maradj nyugton a seggeden, amíg nem szólnak, hogy mehetsz!
- A tollat, tolltartót, vonalzót és számológépet, valamint a C-18 oszlopokat elviheted magaddal.

Biztonság és hulladék-kezelés

- **Viselj védőszemüveget és laborköpenyt!**
- **Veszélyes vegyszereket nem használtok. Minden sav, lúg és színezékoldat híg. Ennek ellenére kerülj a vegyszerek érintkezését a bőroddel! Amennyiben rád fröccsenne valami, töröld le a kiadott törlőkendővel (Kimwipe)!**
- **Ne szaglász a reagenseket!**
- **A használt vegyszereket a “DISPOSABLE” feliratú gyűjtőbe öntsd, a használt és törött üvegeszközöket a “Waste Basket”-be gyűjtsd!**

Felszerelés, eszközök, vegyszerek

1. és 2. feladat (fehér kosár)

spektrofotométer	1	
küvetta (1 cm-es úthosszú)	1	
C18 oszlop	4	
10 ml fecskendő	1	
1 ml fecskendő	1	
Pasteur pipetta (cseppentő)	3	
1 ml osztott pipetta	1	
5 ml osztott pipetta	1	
Pipetta dugattyú	1	
10 ml-es mérőlombik	2	
büretta	1	
kémcső	20	
kémcsőállvány	1	
50 ml-es Erlenmeyer lombik	1	
100 ml-es főzőpohár	2	
szilikon cseppentőgumi	2	
háromszínű toll, vonalzó	1	
spriccflaska	3	
jelölés	Solution E	33%-os etanol
	NaOH solution	< 5 mM-os NaOH-oldat
	water	desztillált víz
100 ml-es üveg		6
jelölés	Solution R	Solution E-ben oldott vörös festék
	Solution B	Solution E-ben oldott kék festék
	Solution MD	R és B festékek keveréke
	Solution MA	Savkeverék: ecetsav és szalicilsav vizes oldata
	KHP	Kálium-hidrogén-ftalát-oldat
	phenolphthalein	0,05%-os fenolftalein-oldat

3. feladat (fekete kosár)

kémcső	95	
kémcsőállvány	1	
spatula	2	
1,5 ml-es osztott műanyag pipetta	15	
csipesz	1	
toll (kémcsövek jelölésére)	1	
pH papír (indikátor)	1	
100 ml-es üveg		3
jelölés	95% EtOH	95% etanol
	CH ₃ CN	acetonitril
	water	desztillált víz
30 ml-es cseppentős üveg		6
jelölés	1M HCl	1M HCl-oldat
	1M NaOH	1M NaOH-oldat
	2,4-DNPH	3%-os 2,4-dinitro-fenil-hidrazin-oldat
	CAN	20%-os cérium(IV)-ammónium-nitrát-oldat
	0,5% KMnO ₄	0,5%-os KMnO ₄ -oldat
	2,5% FeCl ₃	2,5%-os FeCl ₃ -oldat
10 ml-es üvegedények		7
jelölés	Set 1 U-1	
	Set 1 U-2	
	Set 1 U-3	
	Set 1 U-4	
	Set 1 U-5	
	Set 1 U-6	
	Set 1 U-7	

Használati útmutató a spektrofotométerhez

A spektrofotométer három egységből áll: a fényforrásból, a detektorból és a küvettatartóból. A küvettatartó fedelét nyitva találod. Hagyd nyitva a mérések alatt is. A küvetta úgy van elhelyezve, hogy a matricás átlátszó oldala a fényforrás irányába néz. A mérések során végig így használd! (A kép). A spektrofotométert stabilizálták és használatra kész. Az abszorbancia értékek meghatározásához az alábbi eljárást kövesd:

- a) Töltsd meg a küvettát 3/4-ig Solution E-vel és helyezd a küvettatartóba! Ne csukd be a tartó fedelét!
- b) Az egér segítségével vidd a kurzort a REFERENCE feliratra és nyomd meg háromszor az egér (bal) gombját! Ezek után vidd a kurzort a MEASURE feliratra, és ismét kattints háromszor az egérrel. Ekkor a 470 nm és 650 nm tartományban 20 nm intervallumonként nullához közeli abszorbancia értékeket kell kapnod. (B kép).
- c) Töltsd meg a küvettát a vizsgálandó mintával, helyezd a küvettatartóba és háromszor kattints a MEASURE feliratra! Ekkor a mintád abszorbancia értékei jelennek meg a képernyőn a megadott hullámhosszknál. Jegyezd le a mért abszorbancia értékeket a válaszlap megfelelő táblázatába!

Használati útmutató a C18 oszlophoz

- a) Az oszlop egy szélesebb bemeneti és egy keskenyebb kimeneti nyílással rendelkezik.
- b) Az eluáláshoz (mosáshoz) töltsd a kívánt folyadékot a megfelelő fecskendőbe, csatlakoztasd a fecskendőt az oszlophoz és a fecskendő dugattyújának óvatos nyomásával juttasd a folyadékot az oszlopra (és gyűjtsd a másik oldalon kicsöpögő folyadékot). (C és E kép)
- c) A minta oszlopra juttatásához távolítsd el a 10 ml-es fecskendő dugattyúját és a fecskendőt illeszd az oszlop bemeneti nyílásához. Az 1 ml-es osztott pipettával a mintaoldat 1,00 ml-ét vidd be a fecskendőbe (D kép). A fecskendő dugattyújának segítségével óvatosan juttasd a mintaoldatot az oszlopra! Az útmutató utolsó pontját figyelembe véve kevés oldószer használatával biztosítsd, hogy ne maradjon minta a fecskendő falán! Lehetőleg kerüld el, hogy levegő kerüljön az oszlopra a minta felvitele után!
- d) Solution E-vel való átöblítés után az oszlop újra használható.
- e) A dugattyút csak az oszlopról való eltávolítás után húzd kifelé a fecskendőből!!!

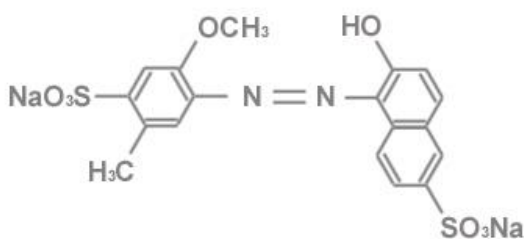
Használati útmutató a Pipetta dugattyúhoz

A dugattyú fel-le mozgatásához tekerd meg a recés kereket. (F kép).

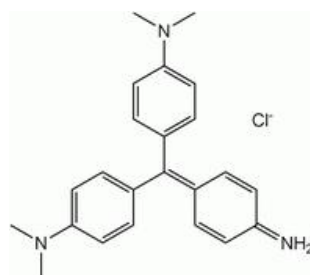
1. Laboratóriumi feladat

Fordított fázisú kromatográfia: spektrofotometriai analízis

A kromatográfias elválasztás spektrofotometriai detektálással az egyik legelterjedtebben alkalmazott analitikai módszer a világ kémiai laboratóriumaiban. A szerves vegyületek komplex keverékeit például gyakran elemzik spektrofotometriai detektálású fordított fázisú kromatográfiával. A fordított fázisú kromatográfiában az állófázis felülete (általában oktadecilcsoport) és az elválasztandó apoláris anyag közötti hidrofób kölcsönhatást használjuk ki. Az eljárás egyszerűsíthető úgy, hogy a vizsgálatot egy megfelelően megválasztott hullámhosszon hajtjuk végre, így a kérdéses vegyületet szelektíven meghatározhatjuk. Ebben a laboratóriumi feladatban színezékek spektrofotometriás analízisét fogjuk végre hajtani kromatográfias elválasztással, illetve anélkül.



40-es számú vörös ételfesték



Metilbolya 2B

1-1. Az R és B vegyület oldatelegyenek spektrofotometriás vizsgálata

- Mérd meg az R ($3,02 \times 10^{-5}$ M) és B ($1,25 \times 10^{-5}$ M) oldatok abszorbanációját! (A és B ábra). Töltsd ki a válaszlap táblázatát a mérési adataiddal! Ábrázold veres tintával a vörös festék, kékkel a kék festék abszorpciós spektrumát! (1-1 ábra).
- Végezd el az abszorbanancia-mérést az MD-oldatra is! MD-oldat az R- és B-oldatok egy bizonyos arányú elegye. Rajzold fel a spektrumot fekete tintával ugyanazon a grafikonon (1-1. ábrára)!

c) A táblázat adatainak felhasználásával határozd meg mindkét színezék MD-oldatbeli anyagmennyiség-koncentrációját a Lambert-Beer-törvény alkalmazásával! Ne úgy határozd meg az egyik színezék móltörtjét, hogy kivonod 1-ből a másik színezék móltörtjét!

1-2. A kromatográfiás elválasztást követő spektrofotometriai meghatározás

a) A 10 ml-es fecskendő segítségével mosd át (eluáld) az oszlopot kb. 10 ml E-oldattal (lásd C ábra)!

b) Tölts 1,00 ml MD-oldatot az oszlopra (lásd D ábra).

c) Az 1 ml-es fecskendő segítségével eluáld az oszlopot az E-oldattal (lásd E ábra). Gyűjtsd össze az oszlopon átfolyt oldatot egy 10 ml-es mérőlombikba! Ismételd meg a műveletet, amíg az összes vörös színezéket eluáltad és összegyűjtötted!

d) Töltsd jelre E-oldattal a fenti 10 ml-es mérőlombikot és rázd össze! Ez lesz az F-oldat!

e) Az 1-1. kísérlethez hasonlóan vedd fel az F-oldat abszorpciós színeképét! Az eluálás közben hígul az oldat, ezért szorozd be a mért abszorbancia-értékeket 10-zel, amikor felrajzolod az F-oldat spektrumát! A spektrumot most veres téntával és szaggatott vonallal rajzold a grafikonra (1-1 ábra)!

f) Készíts megfelelő hígításokat az R-oldatból, és vegyél fel kalibrációs görbét egy általad választott hullámhosszon a vörös színezéknek (R) az F-oldatban történő analitikai meghatározásához. Rajzold fel a kalibrációs görbét a válaszlapon (x-tengely: koncentráció; y-tengely: abszorbancia, 1-2 ábra). Tüntesd fel a választott hullámhosszértéket! A kalibrációs görbének az origón kívül három pontot kell tartalmaznia! Jelöld be az F-oldat helyét a kalibrációs görbén!.

g) Add meg R koncentrációját az eredeti MD-oldatban!

h) Hasonlítsd össze ezt a koncentrációértéket az 1-1. kísérletben kapott értékkel és add meg a kromatográfiás eljárás visszanyerési hatékonyságát (eluált mennyiség/betöltött mennyiség)!

2. Laboratóriumi feladat

Fordított fázisú kromatográfia: ecetsav és szalicilsav sav-bázis titrálása.

Az ecetsav (AA) és a szalicilsav (SA) polaritása kissé eltér egymástól, ezért desztillált víz mint eluens használatával elválaszthatók egymástól fordított fázisú oszlopon, Elsőként az AA eluálódik. Egy oldatkeverékben lévő AA és SA teljes mennyiségét határozzuk meg titrálással. Ezután AA-t és SA-t külön-külön is meghatározzuk kromatográfias elválasztást követően.

2-1. Egy savoldat-elegy (MA) összes AA- és SA-tartalmának meghatározása

- a) Titrálj meg 10 ml desztillált vizet a kiadott NaOH-oldattal (< 5 mM)! Fejezd ki 1 ml vízben a desztillált víz háttérsavasságát a fogyott NaOH-oldat térfogatával! Minden további vizsgálatnál vedd figyelembe ezt a háttérsavasságot! A válaszlapon mindig jelöld a számítás menetében ezt a korrekciót!
- b) Határozd meg a NaOH-oldat pontos koncentrációját a kiadott standard KHP-oldattal (kálium-hidrogén-ftalát) ($1,00 \times 10^{-2}$ M) 2,00 ml-ével! Ismételd meg a titrálást és add meg a NaOH-oldatod pontos koncentrációját! Mutasd meg, hogy vetted figyelembe a háttérsavasságot!
- c) Mérj ki 1,00 ml MA-oldatot és határozd meg az összes savasságot! Ismételd meg a titrálást, és add meg AA és SA együttes anyagmennyiségét az 1,00 ml MA-oldatban!

2-2. Fordított fázisú elválasztás és titrálás

- a) A 10 ml-es fecskendő segítségével moss át egy tiszta C-18 oszlopot körülbelül 10 ml desztillált vízzel!
- b) Tölts 1,00 ml MA-oldatot az oszlopra. Gyűjtsd a kimeneti végénél az eluált folyadékot az 1. kémcsőbe (1. frakció)!
- c) Eluálj 1 ml desztillált vízzel! Gyűjtsd az eluált folyadékot egy másik kémcsőbe (2. frakció). Ismételd az eljárást a 20. frakció begyűjtéséig! Így 20 darab kémcsöved lesz mindegyikben kb. 1 ml folyadékkal.

d) Határozd meg titrálással mindegyik kémcsőben a savtartalmat! Add meg minden esetben a NaOH-oldat fogyását és az egyes kémcsővekben lévő savmennyiséget! Készíts grafikont a válaszlapon (2-2 ábra), amelyen az egyes kémcsővekben lévő savmennyiséget ábrázolod!

e) A háttérsavasságot itt is le kell vonni! Az eluált AA anyagmennyiségének meghatározásakor hanyagold el azokat a kémcsőveket, amelyek nyomnyi mennyiségű savat tartalmaznak! A legtöbb AA-t a 2. és a 3. frakció tartalmazza. Számítsd ki az eluált AA teljes mennyiségét a kémcsővekben lévő AA anyagmennyiségének összegzésével! Hasonlóképpen számítsd ki az eluált SA teljes anyagmennyiségét is! Tüntesd fel a 2-2 ábrán, hogy mely frakciókat használtál az egyes savak mennyiségének meghatározásához!

f) Számítsd ki az MA-oldatban a teljes savmennyiségből AA mólszázalékát!

3. Laboratóriumi feladat

Szerves vegyületek minőségi meghatározása

A feladatod a 7. oldalon található, a mindennapi életben gyógyszerként illetve vegyszerként használt vegyületek közül kiadott 7 szilárd ismeretlen azonosítása az alább leírt vizsgálatok elvégzésével és elemzésével.

- A kiadott ismeretlenek jelölése

Set□ U-1, Set□ U-2, Set□ U-3, Set□ U-4, Set□ U-5, Set□ U-6, Set□ U-7

Eljárás

Jótanácsok

- a) Egy spatulakanálnyi szilárd anyag tömege kb. 15~20 mg.
- b) Használatok között a „Kimwipe” törlőpapírral töröld meg a spatulát!
- c) Miután hozzáadtad a reagens oldatot a vizsgálandó anyag oldatához, rázogatással keverd el őket és figyeld a változást!
- d) A maximális pontszám eléréséért végezd el az összes tesztet és töltsd ki teljesen a kiadott táblázatot!

1. Teszt: Oldhatósági teszt

Tégy egy kémcsőbe egy spatulakanálnyi szilárd anyagot (15~20 mg) és adj hozzá 1 ml CH_3CN -t! Rázd össze és vizsgáld az oldhatóságot! Ismételd meg a tesztet 1M HCl-lel, vízzel és 1M NaOH-val is!

2. Teszt: 2,4-DNPH teszt

Helyezz 15~20 mg ismeretlent egy kémcsőbe és oldd fel 2 ml 95% EtOH-ban! (Vízoldható vegyületek esetén a 15~20 mg ismeretlent 1 ml vízben oldd fel!) Adj hozzá öt cseppet a 2,4-dinitro-fenilhidrazin kénsavas-95% etanolos oldatából

(az üveg jelölése 2,4-DNPH).

3. Teszt: CAN teszt

Egy kémcsőben keverj össze 3 ml híg salétromsavas cérium(IV)-ammónium-nitrát oldatot (az üveg jelölése CAN) 3 ml CH_3CN -lel. Egy másik kémcsőben adj 15~20 mg ismeretlent az így elkészült reagens 1 ml-éhez (vízoldható ismeretlenek esetén a 15~20 mg ismeretlen 1 ml vizes oldatához adj 1 ml CAN-t). Amennyiben színváltozást észlelsz, az ismeretlen alkohol, fenol, vagy aldehid részletet tartalmazhat.

4. Teszt: Baeyer teszt

Oldj fel egy kémcsőben 15~20 mg ismeretlent 2 ml CH_3CN -ben! (Vízoldható ismeretlenek esetén a 15~20 mg ismeretlent 1 ml vízben oldd fel!). Adj az oldathoz cseppenként, rázogatás közben öt csepp 0,5% KMnO_4 -oldatot.

5. Teszt: pH teszt

Oldj fel egy kémcsőben 15~20 mg ismeretlent 2 ml 95% EtOH-ban! (Vízoldható ismeretlenek esetén a 15~20 mg ismeretlent 1 ml vízben oldd fel!). Határozd meg az oldat pH-ját indikátorpapírral!

6. Teszt: Vas(III)-klorid teszt

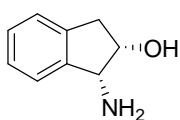
Az 5. teszthez elkészített oldathoz adj 5 csepp 2,5% FeCl_3 oldatot.

Eredmények

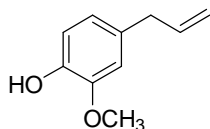
1. Megfigyeléseidet vezesd fel a válaszlapra! Az oldhatósági vizsgálatoknál az oldhatóságot jelöld *O*, az oldhatatlanságot *X* jellel. A 2–4. és 6. tesztek estében a pozitív reakciókat plusz (+), a negatív reakciókat mínusz (–) jellel jelöld! A pH teszt esetén a savas vegyületeket *a*, a bázikusakat *b*, a semlegeseket pedig *n* betűvel jelöld!

2. Elvégzett vizsgálataid alapján válaszd ki az alábbi listából az ismeretlenek legvalószínűbb szerkezetét és írd be a betűjeleket a megfelelő négyzetbe a válaszlapon.

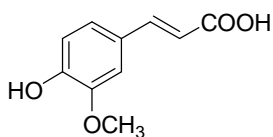
Lehetséges ismeretlenek



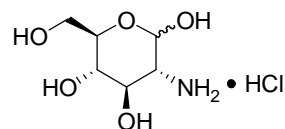
(A)



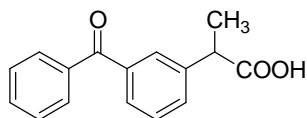
(E)



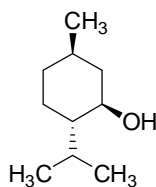
(F)



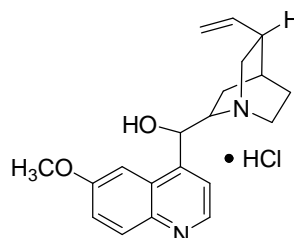
(G)



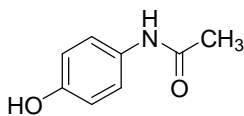
(K)



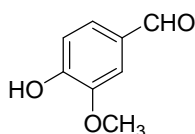
(M)



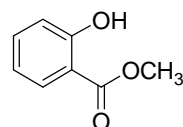
(Q)



(T)



(V)



(W)