



**MINISTERUL EDUCAȚIEI NAȚIONALE
OLIMPIADA NAȚIONALĂ DE CHIMIE
PIATRA-NEAMȚ
31.03. – 06.04. 2013**

**Proba practică
Clasa a X-a**

**Gyakotlati próba
X. osztály**

A kémia laboratóriumban szükséges védőfelszerelés

1. Pamutból készült **laboratórimi köpeny**.
2. **Védő** szemüveg.
3. Csukott **laboratóriumi cipő**, amelynek talpa redős, a csúszás megelőzése érdekében.
4. Latex vagy gumi **kesztyű** állandó viselése.

Munkavédelmi szabályok

1. A kémia laboratóriumban nem használnak kontakt lencsét;
2. A kémia laboratóriumban állandó jelleggel védő felszerelést használnak;
3. A vegyszerek atvételénél és használatánál, mindig figyelemmel el kell olvasni a flakonokon, edényeken levő címkéket;
4. Nem kóstoljuk a vegyületeket;
5. A vegyület szagának megállapítása érdekében a gőzöket kezünkkel körkörös mozgásokkal végezzük, nagy figyelemmel, anélkül, hogy fejünket az edény fölé hajtsuk, és mélyen belélegezzük;
6. Tilos az edény fölé hajolni, amikor atvisznek, vagy melegitenek benne, vagy az edényt magunk illetve másik személy felé tartani, hogy megakadályozzuk a spriccolást a folyadékkal;
7. Mindig savat öntünk vízben és nem a vizet savban;
8. A reagensek edényeit, használat után rögtön le kell zárni;
9. A visszamaradt reziduumokat nem dobjuk a kagylóban, ezeket speciális, címkével ellátott edényekben tárolják;
10. A laboratóriumi kísérlet megkezdése előtt, ellenőrizzük a rendelkezésünkre álló üvegeszközöket, ha valamelyikük karcolást, repedést vagy más hibát mutat, a diák értesíti a felvigyázó tanárt;

11. Az edények mosása rögtön használata után történik, a megfelelő folyadékokkal, az erélyes reakciók elkerülése érdekében;
12. A szilárd reagensek használata tiszta kanalakkal, vagy spatulákkal történik, hogy megelőzzük ezek szennyezését.
13. A reagens oldatokat úgy használjuk, hogy ezek ne szennyeződjenek.
14. A volatilis és robbanásveszélyes vegyületeket (diklor-metan, toluol, pentán stb.), nagy odafigyeléssel használjuk.

A vegyszerek használata

Az első információforrás a vegyszerek azonosságával és veszélyességével kapcsolatban a **címke**. Egy helyesen elkészített címke alapján azonosítható a vegyszer (összetétel, koncentráció, molekulatömeg, fizikai állandók), valamint a veszélyek és ezek elkerülésének módjai.

- *R mondatok.* A veszélyek természetét jelöli. 68 mondat létezik R1- R68 valamint több mondat kombinációja.
- *S mondatok.* Elővigyázati ajánlásokat jelöli. Létezik 64 elővigyázati mondat S1-S64, valamint ezek kombinációja.

Grafikus figyelmeztető jelek kötelezően fel vannak tüntetve a veszélyes vegyszerek és ezek preparátumaira a címkén.

Szimbólumok, piktogrammok, veszélyességi útmutatások, a fontos rizikófaktorok kiemelésére.



E (Robbanó)



O (Oxidans)



F (Nagyon gyúlékony)



F⁺ (Extrém gyúlékony)



T (Toxikus)



T⁺ (Nagyon toxikus)



C (Korozív)



X_n (Mérgező)

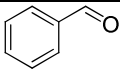
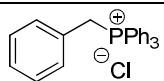


X_i (Irritáns)



N
(Környezetre veszélyes)

A kísérlet elvégzéséhez szükséges vegyszerek főbb jellemzői

Vegyület		Fizikai tulajdonságok					R mondatok	S mondatok
		Aspect la 20°C	ρ (g/cm ³)	T.f. (°C)	T.t. (°C)	Oldhatóság 20°C-on		
Benzaldehid		folyadék szintelen	1,04	178,1	-26	Moderată	R22	S24
Benziltrifenilfoszfónium klorid		Szilárd fehér	-	-	329-331	Mare	R25	S26, S36/37/39 S45
Nátrium hidroxid vizes oldata 50%	-	folyadék szintelen	1,515	105 - 140	-12 - 10	Mare	R35	S26, S37/39, S45
Kálium-karbonát vizes oldata 10%	-	folyadék szintelen	1,1	-	-	Mare	-	-
Dikloro-metán	CH ₂ Cl ₂	folyadék szintelen	1,33	39,6	-96,7	Mică	R40	S23/24/25 S36/37
Éter – petrol	-	folyadék szintelen	0,64	40-60	-	Mică	R11, R38, R51/53, R65, R67	S61/62

(R) mondatok és (S) mondatok

R11 . Nagyon gyúlékony.

R22 Mérgező lenyelés esetében.

R25 Toxikus lenyelés esetében.

R35 Súlyos égési sérüléseket okoz.

R38 Bőrre irritáló hatású.

R40 Kancerigén hatás lehetséges, kevés bizonyíték.

R65 Mérgező: lenyelés esetében tüdő megbetegedést okozhat.

R67 A gőzök belélegzése, aluszékonyságot és szédülést okozhat.

R51/53 Toxikus vízi élőlényekre, különböző hosszútávú hatása van a vízi környezetre.

S 23 Nem belélegezni a gázt/füstöt/gőzöket/aeroszolokat

S24 Mellőzni a bőrrel való kontaktust.

S26 Szembe kerülés esetén, azonnal, bő vízzel mossák meg a szemeket és forduljanak orvoshoz.

S45 Baleset vagy betegség tünetei esetében azonnal forduljon orvoshoz (Ha lehetséges az orvosnak meg kell mutatni a címkét.).

S61 Mellőzzék a környezetben való kidobást. Tanulmányozni a speciális utasításokat/védelmi előírásokat.

S62 Lenyelés esetében, ne idézzünk hányingert: azonnal forduljon orvoshoz, az orvosnak meg kell mutatni a címkét.

S24/25 Mellőzni a kontaktust bőrrel és szemmel.

S36/37 Védőfelszerelés és védőkesztyű használata.

S37/39 Megfelelő védőfelszerelés használata és szem/arc védelem.

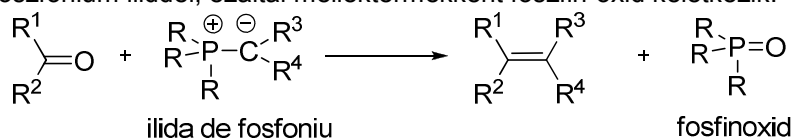
S36/37/39 Megfelelő védőfelszerelés használata, kesztyű és védőmaszk használata szem/arc megvédésére

A kísérlet elvégzéséhez szükséges vegyszerek, üvegeszközök és felszerelések

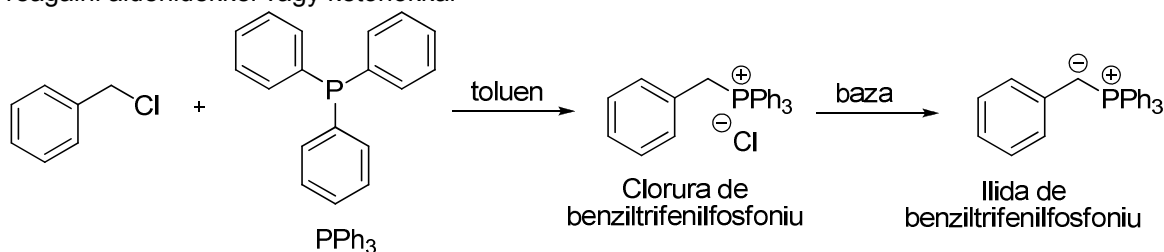
nr. 1 Kísérlet	Üvegeszközök és felszerelések	Db.	Vegyszerek
nr. 1 Kísérlet	Kémcső állvány	1	Benzaldehid
	30 mL kémcső	2	
	10 mL kémcső	1	Dessztilált víz
	Erlenmeyer pohár 100 mL	1	
	Mérő pipetta 1 mL	1	Kálium-karbonát vizes oldata 10%
	Mérő pipetta 1	1	
	Pasteur üveg pipetta 1,5 mL	1	
	Mérő pipettához kaucsuk körte	1	
	Pasteur pipettához kaucsuk körte	1	
	Mérőhenger 10 mL	1	
	Üvegbot	1	
	Dessztiláltvizes pizsetta	1	
	Cimkék	3	
	pH mérő papír 1-14		
nr. 2 Kísérlet			
nr. 2 Kísérlet	Analitikai vagy technikai mérleg		Benziltrifenilfoszfónium klorid
	Óraüveg	1	
	Spatula	1	Benzaldehid
	Erlenmeyer pohár dugóval 250 mL	1	
	Berzelius pohár 100 mL	3	Nátrium hidroxid vizes oldata 50%
	Mérőhenger 50 mL	1	
	Mérőhenger 10 mL	1	Dikloro-metán
	Mérő pipetta 1 mL	1	
	Pasteur pipetta 1,5 mL	2	Vizmentes nátrium szulfát
	Mérő pipettához kaucsuk körte	1	
	Pasteur pipettához kaucsuk körte	1	
	Kémcső 10 mL	1	
	Üvegbot	1	
	Szűrőtolcsér	1	
	Redős szűrőpapír	1	
	Cimkék	4	
nr. 3 Kísérlet			
nr. 3 Kísérlet	Berzelius pohár 100 mL	1	A Próba
	Óraüveg	1	
	Ceruza	1	B Próba
	Mérőhenger 10 mL	1	
	Fémcsipesz	1	Dikloro-metán
	Szilikagéles kromatográf lemezke	1	
	Kapilárisok	2	Éter - petrol
	Vonalzó		
	KMnO ₄ oldatos vizualizáló tartály		KMnO ₄ oldat

Wittig reakció

A Wittig reakciót 1954-ben Georg Wittig fedezte fel és Kémiai Nobel Díjat kapott 1979-ben. Egyszerűsége miatt, ez a reakció lett az alkének egyik általános előállítás módszere. Egy aldehid vagy egy keton reagál foszfónium illiddel, ezáltal melléktermékként foszfin-oxid keletkezik.



A trifenil-foszfónium ilidek előállíthatóak *in situ* foszfónium sókból, melyek reaktív alkilhalogenidekből (benzil-klorid, alil-klorid stb.) és trifenilfoszfínból nempoláris oldószerben, amelyből kicsapódik mint egyetlen termék só formában. Erős bazis hatására (nátrium hidrid, *n*-butil litium, tömény nátrium hidroxid de sodiu) de trifenilfosfoniumsok generálják a megfelelő ilideket, melyek képesek reagálni aldehidekkel vagy ketonokkal



A Wittig reakcióból általában két termék keletkezik egy többségben, a másik kisebb mennyiségben, amelyek izomérek és külső tényezők hatására, mint például fény, átalakulhatnak egymásba.

A sztilben szintézise

A sztilben vagy 1,2-difeniletén két geometriai izomérrel rendelkezik. Az egyik oladáspontja 125°C, a másik olvadáspontja 5-6°C.

A sztilbent nagy mennyiségben és könnyen elő lehet állítani Witting reakcióval benziltrifenilfoszfoniumból és benzaldehidből tömény nátrium-hidroxid jelenlétében.

Bifázisos közegben meg végbe, katalitikus fázis átalakulással, ahol a foszfóniumsó szerepe kettős, fázisa átalakulási katalizátor és szubsztátum. A reakcióból mindkét izomér keletkezik, többségben a kevésbé stabil izomér képződik. A stabil izomér sztereoselektív előállítását megvalósítható utólagos átalakulások során.

Kérjük:

Szintetizáljátok a sztirolt az alábbiakban leírt munkamenet szerint és válaszoljátok a kérdésekre.

I Kísérlet

- 1.1. Egy kicsi kémcsőben tegyetek 0,1 mL benzaldehidet és 1 mL desztillált vizet. Rázzátok a kémcsövet 5 percig, majd pH papírral mérjétek meg a pH-t. Jegyezzétek meg a mért pH intervallumot.
- 1.2. Tegyetek egy 100 mL –es Erlenmeyer pohárban 2 mL benzaldehidet, majd 10 mL káliumkarbonát 10%-os oldatát és rázzátok a poharat két-három percig.
- 1.3. Öntsétek át a 2. pontban előállított keveréket az **1. címkézett kémcsőben**, majd pihentessétek, míg észlelhető a két fázis szétválasztása.
- 1.4. Pasteur pipetta segítségével válasszátok el a fenti réteget, ezt öntsétek a **2. címkézett kémcsőben**.

- 1.5. A 2. címkézett kémcsőből vegyetek egy 0,1 mL-es próbát és tegyék az **A próba címkézett** kémcsőben, adjatok hozzá 3 mL dikloro-metánt és tartsátok meg az A próbát vékonyrétegű kromatográfiai analízis elvégzéséhez a III. kísérletben.

Kérdések:

1. Milyen sav-bázis jellégű a benzaldehidből és vízből előállított vizes oldat? Bizonyítsd a kapott pH értékkel. Miért?
2. Mi a szerepe a kálium-karbonátnak?
3. Írd fel a kémiai reakciót amely lejátszódik a kálium-karbonát oldat és a benzaldehid között.
4. Mit tartalmaz a felső réteg és mit az alsó réteg?

II Kísérlet

- 2.1. Mérjete 2 g benziltriphenil foszfónium-kloridot, üvegóra segítségével.
- 2.2. Tegyék a lemerített benziltriphenil foszfónium-kloridot egy 250 mL-es dugós Erlenmeyer pohárban és adjatok hozzá 10 mL dikloro-metánt.
- 2.3. Rázzátok a poharat és a keletkezett szuszpenzióhoz adjatok 0,5 mL benzaldehidet amit a 1. Kísérletben kaptatok.
- 2.4. Cseppenként adagoljátok 7,5 mL, 50%-os nátrium hidroxid oldatot. Jegyezzétek a megfigyeléseket.
- 2.5. Tíz percig rázzátok az oldatot, vigyázva, hogy 15-20 másodpercenként a dugót vegyék óvatosan, a túlnyomás elkerülése érdekében. **CSAK** abban az esetben öntsetek a pohárban 5-20 mL dikloro-metánt, ha észleltek térfogat csökkenést.
- 2.6. Adjatok hozzá 15 mL dikloro-metánt és 5 mL vizet.
- 2.7. Öntsétek a bifázisos keveréket a **Berzeliusz nr. 1. Pohárban**.
- 2.8. Gyűjtsetek a fenti réteget Pasteur pipettával és öntsétek át a **Berzeliusz nr. 2. Pohárban**
- 2.9. Tegyetek egy spatula vízmentes kalcium-kloridot a Berzeliusz nr. 2. , keverjétek a szuszpenziót egy üvegbottal és szűrjétek le egy redős szűrőpapírral a Berzeliusz nr. 3 Pohárban.
- 2.10. Vegyetek egy 0,1 mL-es mintát a Berzeliusz nr. 3 Pohárból, tegyék a próba B címkézett kémcsőben, adjatok hozzá 3 ml dikloro-metánt és tartsátok meg a B próbát vékony rétegű kromatográfiai analízishez, ami a III.kísérlet követelménye.

Kérdések:

5. Milyen színváltozás észlelhető a nátrium-hidroxid adagolásánál? Magyarázzátok az észlelt változásokat.
6. Írjátok fel a lejátszódott reakcióegyenleteket és számítsátok ki a sztöchiometriát, megadva a főlös reagenst.
7. Mit tartalmaz a felső réteg és mit az alsó réteg szétválasztás előtt?
8. Mit észleltek a vízmentes kalcium-klorid hozzáadásánál? Milyen szerepe van a kalcium-kloridnak?

III. Kísérlet

Az A és a B mintákat szilikagélés vékonyréteg-kromatográfia analízisére használják, az alábbiak szerint:

- 3.1. Húzzátok meg ceruzával a rajtvonalat 1 cm távolságra attól az oldaltól amelyiknek levágtátok a sarkait.

- 3.2. Jegyezzétek meg finoman ceruzával azt a két pontot ahova elhelyezitek az A és a B mintát és irjátok a rajtvonal alá mit jelent mindegyik pont.



- 3.3. Helyeztetek el egy hajszálcső segítségével egy-egy cseppet az A és B mintákból a 3.2 pontnak megfelelő pozíciókba.
- 3.4. Állítsátok elő az elúciós rendszert. Egy petrol-éter:diklórometán 6:1-hez térfogatarányos keveréke ajánlott.
- 3.5. Öntsétek az elúciós rendszert a kromatográfiás tartályba (100 mL –es Berzelius pohár óraüveggel lefedve) úgy, hogy a tartályban lévő folyadék magassága kisebb legyen 1cm-nél.
- 3.6. Helyezzétek egy csipesz segítségével a kromatográfiás lemezt a tartályba úgy, hogy majdnem függőlegesen álljon (támaszkodjon felül a tartály falához) vigyázva arra, hogy a rajtvonal a tartályban levő folyadék szintje felett helyezkedjen el.
- 3.7. Kövessétek a lapocska elúcióját addig míg az oldat frontvonala 1 cm távolságra lesz a lapocska felső oldalától és egy csipesszel vegyétek ki a lapocskát a tartályból. Huzzátok meg azonnal az oldószer vándorlásának frontvonalát.
- 3.8. Várjatok 2-3 percet a lapocska megszáradásáig.
- 3.9. Jelenítsétek meg a lapocskát egy bázikus kálium permanganát oldatba süllyesztve és jelöljétek a foltokat amelyek sárgára színeződnek lila alapon. Abban az esetben ha nem észlelitek a sárga foltok megjelenését melegítsétek 1-2 percig a lapocskát elektromos melegítőn.
- 3.10. Mérjétek meg vonalzóval a rajtvonal és az oldószer frontvonala közötti távolságot és jelöljétek **D**- vel.
- 3.11. Mérjétek meg a rajtvonal és mindegyik megfigyelt színes folt közepe közötti távolságot és jelöljétek rendre **D_{A1}**, **D_{A2}** stb., illetve **D_{B1}**, **D_{B2}** stb. annak függvényében, hogy hány foltot találtok mindegyik próbának megfelelően.

Kérdések:

9. Számítsátok ki a próbáknak megfelelő mindegyik folt sor retenciós faktorait (**R_f**). A retenciós faktort a rajtvonal és folt közép távolsága és a rajtvonal és a végső frontvonal közötti távolság arányaként számítsuk ki.

10. Állapítsátok meg a B minta komponenseinek számát és jelöljétek a B mintának megfelelő legalább egy foltot.
11. A 8. pont észrevételei alapján kommentáld a nyersanyagok átalakulását.
12. Határozzátok meg a két keletkező izomér közül melyik a stabilabb és indokoljátok a választ.
13. Határozzátok meg a többségben keletkező izomért.
14. Az egyik izomér másik izomérré való átalakulásának egyik kémiai módszere a fotokémiai izomerizáció egy jód kristály jelenlétében ami a reakció végén teljes mértékben megtalálható. Határozzátok meg a jód szerepét. Írjátok le a lejárlódó reakciót/reakciókat.

Adva vannak:

Atomtömegek: H-1; C-12, O-16, K-39, P-31, Cl-35,5

Adottak:

Atomtömegek: H-1; C-12, O-16, K-39, P-31, Cl-35,5

Comisia Centrală a Olimpiadei

Națională de Chimie

Vă urează

Succes!

Munkaidő: 3 óra