

Laborbiztonsági Kisokos

Bármilyen probléma van, szólj a szervezőknek!

Öltözék

Mindenkinek kötelező begombolt laborköpenyt viselni.

Kötelező kesztyűt viselni, kivéve, ha forró anyagot készülsz megfogni.

Bemérésnél és forralásnál laborszemüveg viselése kötelező.

A hosszú hajat fel kell fogni, tilos gyűrűt, karkötőt, karórát, hosszú fülbevalót, stb. viselni.

Magaviselet

A laborvezetők utasításait követni kell!

A laborban található minden anyag vegyszernek minősül!

A laborban tilos enni, inni.

Tilos rohagálni, a többiek testi épségét veszélyeztetni.

Vegyszer, nyílt láng fölé nem szabad hajolni.

Tilos szerves anyagot nyílt láng közelébe vinni!

Kesztyűvel, laborköpennyel ne nyúljatok az arcotokhoz, hajatokhoz, stb.

Kerüljétek a vegyszerekkel való direkt érintkezést.

Baleset esetén

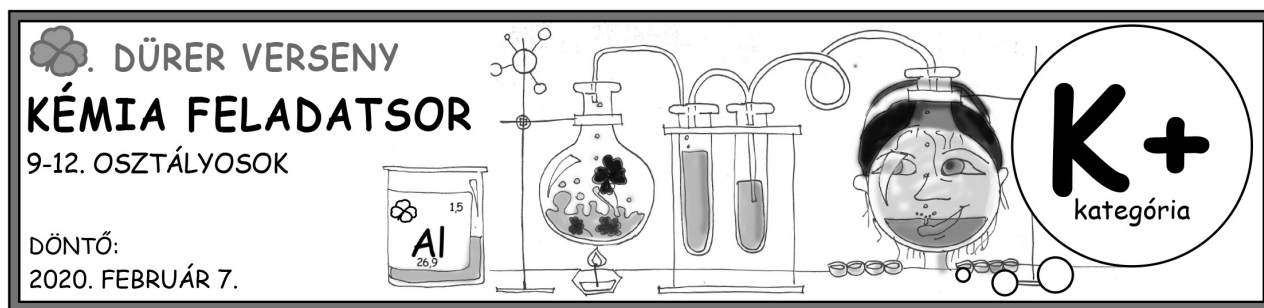
Kerüljétek a pánikot!

A legkisebb balesetről is szóljatok a laborvezetőknek!

Tüzet ne oltatok vízzel! Kis tűz esetén zárjátok el a levegőtől az edény lefedésével, nagyobb tűz esetén szóljatok a szervezőknek!

Bőrre került sav esetén azonnal bő hideg vízzel mossátok le a felületet, és szóljatok a szervezőknek!

A balesetvédelmi szabályok be nem tartása esetén először csak figyelmeztetünk, második kihágásra pontlevonás jár, a harmadik esetén a versenyzőt kizárjuk a laborból!



1. feladat

A szerves vegyületek számos tagja rendelkezik valamilyen jellegzetes illattal, kellemetlenebb esetben szaggal, bűzzel. Ebben a feladatban (ha pontosan követitek az utasításokat!) egy kellemes illatú vegyületet fogtok előállítani a megadott recept alapján.

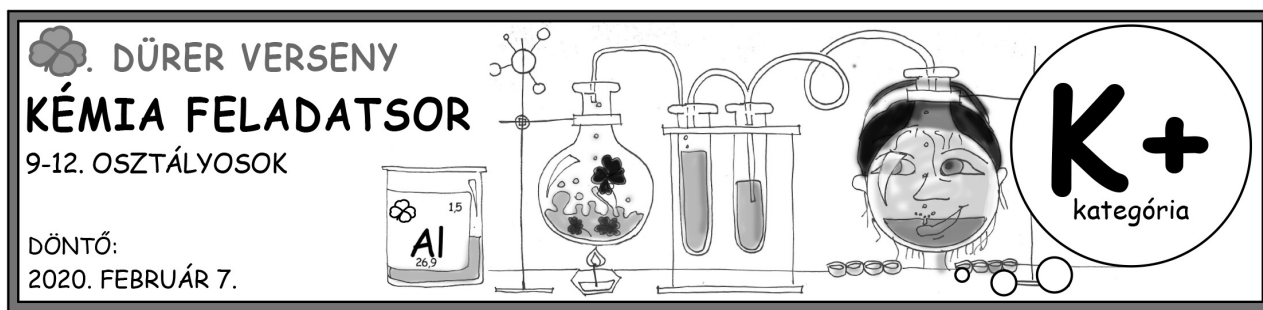
Preparatív feladat:

Száraz kémcsőbe mérjétek be 2,0 ml vajsavat ($\rho = 0,96 \text{ g/cm}^3$) és 2,6 ml etanolt ($\rho = 0,79 \text{ g/cm}^3$). Adjatok hozzá 5 csepp tömény kénsavat, majd a kémcsövet dugaszoljátok be, rázzátok össze, majd 70 °C-os vízfürdőben melegítétek 30 percig. A kémcsövet 5 percenként szellőztessétek, nehogy a megnövekedett nyomás kilökje a dugót vagy szétvesse a kémcsövet. A kémcső tartalmát ilyenkor rázzátok is meg!

Miután letelt a 30 perc, a kémcsövet hűtsétek le. Adjatok hozzá 2 ml félig telített (kb. 13 m/m%-os) NaCl-oldatot, dugaszoljátok be, majd alaposan rázzátok össze. A fázissétválás után az alsó vizes fázist Pasteur-pipettával távolítsátok el. Ezt a lépést (NaCl-os mosás) még kétszer ismételjétek meg. Ezután adjatok hozzá 5 ml telített (kb. 9 m/m%-os) NaHCO₃-oldatot, a nyitott kémcsövet alaposan rázzátok össze, majd bedugaszolva ismét rázzátok össze. A fázissétválást követően távolítsátok el az alsó, vizes fázist. Ezt mindaddig ismételjétek, míg gázfejlődést tapasztaltok. Ezután ismételten 2 ml félig telített NaCl-oldattal rázzátok ki az oldatot, háromszor egymás után.

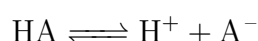
A kirázást követően a felső, szerves fázist pipettázzátok át egy száraz kémcsőbe, majd adjatok hozzá kevés vízmentes magnézium-szulfátot. 15 perc után a szárítószert Pasteur-pipettába helyezett vattán át szűrjétek előre lemért tömegű kémcsőbe, majd ennek a tömegét is mérjétek le!

- Írjátok fel a folyamat reakcióegyenletét vonalképletet vagy félkonstitúciós képletet alkalmazva!
- Mi célt szolgál az elején hozzáadott kénsav?
- Hány g terméket sikerült előállítani? Mekkora a termelési százalék 100 %-os tisztaságot feltételezve?
- Miért rázzuk ki a nyersterméket nátrium-hidrogénkarbonáttal? Milyen gáz keletkezik közben?
- Milyen illata van a terméknek?
- Bár a vízőldékony alkoholok nagy része eltávolítható extrakció segítségével, a termék nem teljesen tiszta. A nyersterméket hogyan tisztítanátok meg a maradék alkoholtól?
- Milyen más gyümölcs illatú észtert ismertek? Soroljátok fel legalább 2 példát!
- A terméketeket mutassátok meg az egyik szervezőnek!

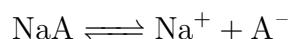


2. feladat

Ha egy gyenge sav és egy erős bázissal képzett sója egyszerre van jelen az oldatban, akkor puffer-oldatról beszélhetünk. Természetesen gyenge bázis és erős savval képzett sójának jelenléte esetében is puffert kapunk. A puffer-oldatok különlegességét az adja, hogy az erős bázisok illetve erős savak pH-ra gyakorolt hatását csökkentik. A gyenge savat (jelöljük HA-ként) tartalmazó oldatban így írható fel a H^+ ionok képződése:



Viszont mivel jelen van a sója is (tekintsük a NaOH-dal képzett sót), ezért a következő reakció is végbemegy:



Mivel vizes oldatban a sók disszociációja jó közelítéssel 100 %-osnak tekinthető, ezért belátható, hogy a só jelenléte visszaszorítja a gyenge sav disszociációját. Mivel eleve gyenge savról beszélünk és még vissza is szorítjuk a disszociációt jogosan élhetünk azzal a feltételezéssel, hogy a savmaradékionok teljes mennyisége a sótól származik és a gyenge sav „bemérési” koncentrációja elhanyagolhatóan csökken a disszociáció okán. Tehát felírhatók az alábbi közelítések:

$$c_{s\acute{o}} = [A^-] \text{ és } c_{sav} = [HA]$$

Azaz a savi disszociációs egyensúlyt felírva, majd a két oldal negatív logaritmusát képezve:

$$K_s = \frac{[H^+] \cdot [A^-]}{[HA]}$$

$$-\lg(K_s) = pK_s = pH - \lg \frac{[A^-]}{[HA]} = pH - \lg \frac{c_{s\acute{o}}}{c_{sav}}$$

Ez utóbbi a Henderson-Hasselbach egyenlet, melyből adódik, hogy az oldat pH-ja jó közelítéssel a só és a sav bemérési koncentrációjától függ:

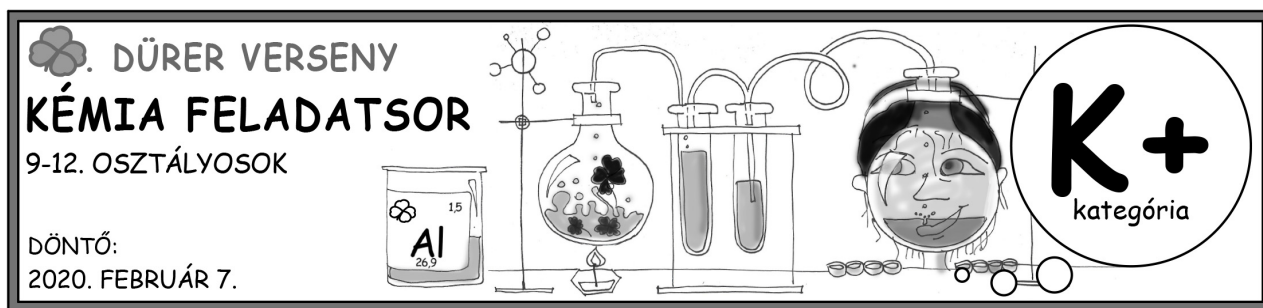
$$pH = pK_s + \lg \frac{c_{s\acute{o}}}{c_{sav}}$$

Ha a pufferelegyhez erős savat adunk, akkor a só anionjaiból szabad sav képződik, tehát ha a hozzáadott sav koncentrációja x , akkor a következő írható fel:

$$pH = pK_s + \lg \frac{c_{s\acute{o}} - x}{c_{sav} + x}$$

Erős lúg hatására pedig a só koncentrációja növekszik, a savé pedig csökken, tehát a pufferrendszer pH-ja az összetevők arányától függ! Azonban ez nehezen összehasonlítható, így létrehozták a pufferkapacitás fogalmát.

A **pufferkapacitás** 1 mol/dm³ koncentrációjú egyértékű erős sav (vagy bázis) azon térfogata, amelynek a hatására 1 dm³ pufferoldat pH-ja egységnyivel csökken vagy növekszik.



Kísérleti feladat:

A pufferkapacitás meghatározásához erős savként $0,5 \text{ mol/dm}^3$ -es sósavat, erős bázisként $0,5 \text{ mol/dm}^3$ -es NaOH-oldatot fogtok használni. A pontos számoláshoz azonban ezen oldatok pontos koncentrációjára van szükség. A sósavoldat faktorát megtaláljátok az üvegére felírva, viszont a NaOH-oldat faktorát nektek kell meghatároznotok, ugyanis az előző nap mért érték meglehetősen pontatlan ebben az esetben. A faktor meghatározásához találtok pontos tömegű oxálsavat $((\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O})$, készítsetek belőle 100 cm^3 oldatot, majd 20 cm^3 -es részleteit titráljátok meg a faktorozandó NaOH-oldattal.

- Miért változik a NaOH-oldat koncentrációja (faktora) gyorsabban, mint a sósavé?
- Mennyi a mérések során használandó NaOH-oldat faktora?

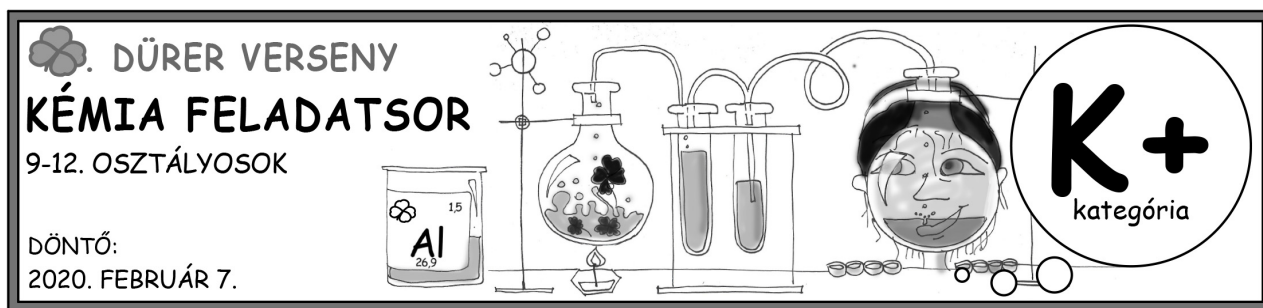
A feladat első részében ismert összetételű oldatok pufferkapacitását kell meghatároznotok. A következő táblázat alapján készítsetek 3 pufferoldatot (mindegyikből két párhuzamosat a savas és lúgos pufferkapacitás meghatározásához). Számoljátok ki az elméleti pufferkapacitást és ennek megfelelően adjatok sósavat és NaOH-ot a mintákhoz, majd pH-mérő segítségével mérjétek meg az elkészült elegyek pH-ját. A feladatrész során $0,3000 \text{ mol/dm}^3$ -es ecetsav oldatot és $0,3000 \text{ mol/dm}^3$ -es nátrium-acetát oldatot használjatok. Az ecetsav pK_s értéke: 4,75.

	Ecetsav	Nátrium-acetát	desztillált víz
1. oldat	25 cm^3	25 cm^3	50 cm^3
2. oldat	50 cm^3	50 cm^3	0 cm^3
3. oldat	50 cm^3	25 cm^3	25 cm^3

- Foglaljátok össze táblázatban a készített 3 oldat savas és lúgos tartományban kapott elméleti, illetve a méréssel meghatározott pufferkapacitását!
- Hasonlítsátok össze, hogy a sav és lúgoidat hozzáadása után a pH értéke valóban 1 egységgel változott -e! Amennyiben eltérés tapasztalható indokoljátok az okát!
- A pufferrendszer két összetevőjének aránya hogyan befolyásolja a savas és lúgos irányban mért pufferkapacitásokat?

Kaptatok egy ismeretlen pufferoldatot is. $100\text{-}100 \text{ cm}^3$ -ét pH-mérő mellett titrálva határozzátok meg az oldat pufferkapacitását mind savas, mind lúgos irányban!

- Mennyi az ismeretlen oldat pufferkapacitása?
- A mért értékek segítségével határozzátok meg az ismeretlen pufferoldatban lévő sav koncentrációját, a só koncentrációját illetve a savi disszociációs állandót!
- A pufferhatás számszerűsítése érdekében számoljátok ki, hogy mennyi lett volna a pH a pufferkapacitásnak megfelelő sav/lúg hozzáadása esetén olyan kiindulási oldat esetében, ahol a megegyező koncentrációjú gyenge sav mellett nincs só!



3. feladat

A vanádiumnak többféle oxidációs száma lehet, ezek egy része színes megjelenésű.

- a) Milyen oxidációs állapotú a vanádium a kapott ammónium-vanadát-oldatban?

Az első kémcsőben 5 cm^3 reagens NH_4VO_3 -oldatot savanyítanak meg 8 csepp cc. kénsavval. A vanádium az így nyert erősen savas oldatban nagyrészt VO^{2+} -ionok formájában található, de kisebb részt polivanadátionok, főleg dekavanadátion ($\text{V}_{10}\text{O}_{28}^{6-}$) különböző mértékben protonált formái is jelen vannak, ezek felelősek az oldat színéért.

- b) Milyen színű lett az oldat? (Elképzelhető, hogy a polimerizációs folyamatok miatt csak nagyon rövid ideig tapasztalható az eltérő szín.)

A következő kémcsőben 5 cm^3 reagens NH_4VO_3 -oldat 8 csepp kénsavval megsavanyított oldathoz adjatok 8 csepp telített Na_2SO_3 -oldatot. A redukció néhány másodperc alatt lejártszódik, amikor $[\text{VO}(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ összetételű akvakomplex képződik. Az eleinte jelentkező szín a dekavanadátok és a VO^{2+} -akvakomplex együttes jelenlétének az eredménye.

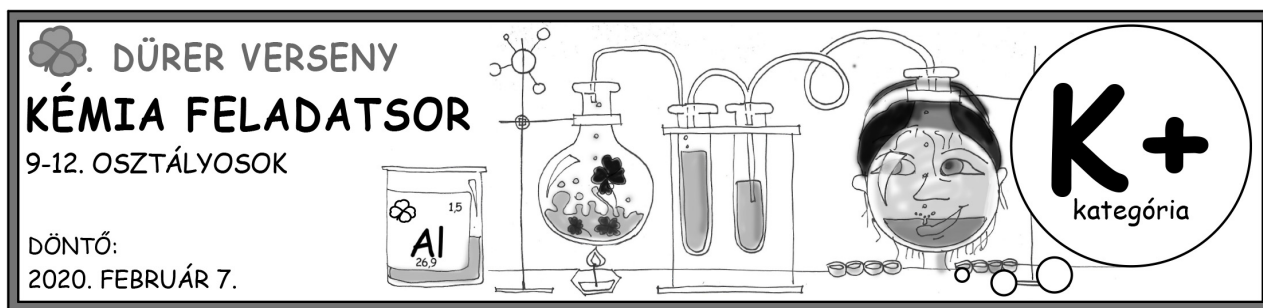
- c) Milyen színű lett az oldat?
d) Írjátok fel a redukció reakcióegyenletét!

A harmadik kémcsőben adjatok 5 cm^3 reagens NH_4VO_3 -oldathoz cink forgácsot és 10 csepp cc. H_2SO_4 -at. Ezután melegítétek forrásig, majd néhány percig hagyjátok állni. Az eleinte megjelenő szín után átvált az oldat a $[\text{V}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ -ionok színére.

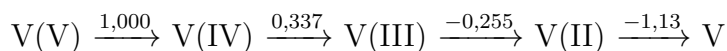
- e) Milyen az először megjelenő szín?
f) Milyen színűek a $[\text{V}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ -ionok?
g) Írjátok fel a reakcióegyenletét metavanadátból kiindulva!

Az utolsó kémcsőben 5 cm^3 reagens NH_4VO_3 -oldathoz adjatok nagyobb mennyiségű cink forgácsot és 25 csepp cc. H_2SO_4 -at, majd forraljátok 3-4 percig. Az előbbi reakció gyorsan lejártszódik, majd egy harmadik szín jelenik meg, ami a $[\text{V}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ -ionok képződését jelzi.

- h) Milyen színű a $[\text{V}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ -ion?
i) Írjátok fel a továbbredukálódás reakcióegyenletét!

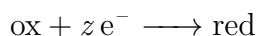


A vanádium Latimer-diagramja savas közegben ($\text{pH} = 0$) az alábbi (a két vanádium species közötti nyílon a közöttük felírható redoxi reakció standard elektródpotenciálja látható V-ban kifejezve):



j) Adjátok meg az egyes oxidációs állapotokhoz tartozó vanádium-tartalmú ionok képletét!

Ha egy oldatban a vanádium két különböző oxidációs állapotban is jelen van, akkor az oldatot tekinthetjük redoxi rendszernek. Ha egy ilyen oldatba egy inert fémből készült (például platina) elektródot helyezünk, akkor az így kapott elektrokémiai félcella jól definiált elektródpotenciált vesz fel, mely alkalmas referencia elektróddal szemben mérhető. A kialakult potenciák természetesen függ a jelen lévő oxidált illetve redukált forma koncentrációjától. Ezen összefüggést írja le a Nernst egyenlet, mely egy általános esetben így néz ki:



$$\text{Nernst-egyenlet: } E = E^\circ + \frac{0,059}{z} \cdot \lg \frac{[\text{ox}]}{[\text{red}]}$$

ahol E az elektród potenciálja, E° az elektród standardpotenciálja, z a reakció során bekövetkező oxidációs szám változás, míg szögletes zárójelben a specieszek koncentrációja található.

Természetesen, ha a reakcióegyenletben szerepel a H^+ , akkor a kialakuló elektródpotenciál függ a pH -értéktől, a $[\text{H}^+]$ -t pedig be kell írni a logaritmus mögé azon speciesz mellé, amelyikkel azonos oldalon szerepel a reakcióegyenletben. Viszont ha a pH állandó, akkor a logaritmus azonosságait felhasználva a $[\text{H}^+]$ összevonható a standard elektródpotenciállal, hiszen mindkét érték konstans. Ezen összeget formálpotenciálnak nevezzük.

k) Írjátok fel, a $\text{V(V)}/\text{V(IV)}$ rendszerre vonatkozó Nernst-egyenletet!

l) Számoljátok ki a $\text{V(V)}/\text{V(IV)}$ rendszer formálpotenciálját $\text{pH}=2$, $\text{pH}=4$ és $\text{pH}=6$ esetekben! Az eredményeket felhasználva indokoljátok, hogy miért erősen savas közegben redukáljuk a metavanadát iont!

m) Számítsátok ki a V(II) diszproporciójának egyensúlyi állandóját!

A feladatok során 4 értékes jeggyel számoljatok! A szükséges adatok a függvénytáblázatban megtalálhatóak! Az első és a második feladat részletesen indokolt megoldása 20 pontot ér, míg a harmadik feladatért 12 pont szerezhető. A feladatok megoldásához függvénytáblázat, számológép és íróeszközök használhatóak. Sikeres versenyzést kívánunk!

a szervezők