



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 rohanganálni, 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!
Tűzet ne oltsatok 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

Elektrolit oldatnak nevezzük azt az oldatot, amelyben az oldott anyag ionokra disszociálva az elektromos áram vezetésére képes. Az elektromos töltést részben anionok, részben kationok szállítják. A pozitív töltés elmozdulása valamilyen irányban, egyenértékű ugyanannyi negatív töltés ellentétes irányba vándorlásával, így külső szemlélő számára ezek megkülönböztethetetlenek.

Adott elektrolit oldatban a különféle ionfajták részvételi aránya az elektromosság vezetésében az oldat egyik, elektrokémiai szempontból fontos adata. Ez a részvételi arány az átviteli szám (t). A legjobban ezt az áramsűrűség (j) fogalmával lehet kifejezni, mely a vezető egységnyi felületén a felületre merőleges irányban áthaladó áram erőssége, azaz lényegében az egységnyi idő alatt, egységnyi felületen áthaladó töltésmennyiség.

Tehát ha az oldaton áthaladó áram sűrűsége j és az i ionfajta által szállított rész (j_i), akkor ezen ionfajta átviteli száma a definíció szerint:

$$t_i = \frac{j_i}{j}$$

A j áramsűrűségnek az i -edik ion által szállított része meghatározható a Faraday-állandó, az elektromos potenciál (elektromos térerősség) és az ion tulajdonságainak (töltése, koncentrációja és mozgékonyasága) ismeretében. Az átviteli szám meghatározásához viszont csak az ion tulajdonságait kell ismerni, hiszen az állandó és az elektromos potenciál minden ion esetében ugyanakkora, így a hányadosképzés során kiesnek. Ha bevezetjük az ionos moláris fajlagos vezetési fogalmát (Λ_{ion} , a töltés és a mozgékonyaság szorzata), akkor az átviteli szám a következőképpen írható fel:

$$t_i = \frac{c_i \cdot i}{\sum_i c_i \cdot i}$$

Ha nem ismerjük egyesével az összes ion moláris fajlagos vezetését, de ismerjük az oldat moláris fajlagos vezetését (Λ_{oldat}), akkor pedig a következő képlet írható fel:

$$t_i = \frac{c_i \cdot i}{\Lambda_{oldat} \cdot \sum_B c_B}$$

Egy 3 cm átmérőjű tökéletes kör keresztmetszetű üvegcsőben 0,02 mol/dm³-es CaCl₂-oldat van. Elektromos áramot vezetünk bele és egy ponton mérjük az áthaladt töltések számát.

- Mekkora az oldaton áthaladó áramsűrűség, ha 10 perc alatt 266 C töltés áthaladását mértük?
- Hány mA a kísérlet során használt áramerősség?
- Mekkora az átviteli szám a két ion esetében, ha tudjuk, hogy a kloridion moláris fajlagos vezetése 76,3 S cm²/mol, míg a kalcium ion moláris fajlagos vezetése 119 S cm²/mol?



Az átviteli szám meghatározására gyakran használt módszer a mozgó határfelület módszere, vagyis az elektrolitok határának potenciálgradiens hatására történő elmozdulásának mérése. Megfelelő körülmények mellett a legnagyobb mozgékonyaságú ion átviteli száma meghatározható. Egy savoldatot az illető sav sójának oldata fölé rétegezzünk. Áram áthaladása esetén a határreteg elmozdulását a protonok (H^+ ionok) elmozdulása szabja meg. Sav-bázis indikátor segítségével a határfelület láthatóvá tehető, így az elmozdulás / hossza idő alatt mérhetővé válik.

Q coulomb töltés hatására $n = \frac{t_{H^+} \cdot Q}{F}$ mol ion vándorol el. Ha c koncentrációjú az oldat akkor ez a mennyiség V térfogatból áramlott el, ahol $\frac{t_{H^+} \cdot Q}{F} = c \cdot V$. Ha egy q keresztmetszetű csőben mérünk, akkor idő alatt l távolságra vándorol a határfelület, így $\frac{t_{H^+} \cdot l \cdot c}{F \cdot q \cdot c} = l$ fennáll.

A kísérlet leírása:

Elsőként szükség lesz egy DURVA és FINOM szabályzó gombokkal rendelkező áramstabilizátorra. Az áramstabilizátor pozitív pólusát egy árammérő műszerhez kötjük, majd a műszerből kiinduló vezeték a speciális U cső higanyos szárába vezetjük, hogy létrejöjjön a határfelületen a kontaktus a higanyval. Az U cső másik szárában a higany üveggel el van zárva, de beforrasztott platinakontaktuson keresztül egy kadmiumelektroddhoz kapcsolódik, ami az U cső szárában található. A kadmiumelektrod fölött kezdődik a szár skálázása, mely a határfelület által megtett út mérésére szolgál. Az U cső kadmiumelektrodot tartalmazó, skálázott szárát a skála 0 pontjáig töltjük NaCl oldattal. A 0 pont feletti, kiszélesedő részre kapilláristölcsér segítségével kristályibolya indikátorral megfestett HCl-oldatot rétegezzük, majd katódként Ag-spirált helyezünk bele, melyet az áramszabályozó negatív pólusához kötünk. Az áramerősséget a szabályzó gombokkal 3 mA-re állítjuk, majd mérjük a határfelület adott távolságú elmozdulásához tartozó időt.

Sajnos a koronavírus miatt nem mehettetek be a laborba, de a laboráns a következő jegyzőkönyvet készítette el számotokra:

A mérésleírás szerint először az ismert koncentrációjú, és protonra nézve ismert átviteli számú sósavoldatot használtam a készülék megtöltéséhez (3 párhuzamos mérést végeztem), hogy ebből a készülék geometriai adatai meghatározhatók legyenek. Majd ezek után az ismeretlen átviteli számú (de az ismerttel megegyező koncentrációjú) oldattal töltöttem meg a készüléket és itt is 3 párhuzamos mérést végeztem.

A készüléken 3 jelzés volt, lentől felfelé haladva A, B és C. A-nál indítottam el a stoppert, B-nél feljegyeztem egy részidőt (t_B), majd C-nél állítottam le (t_C). A két idő különbségéből megkapható a B és C jel közötti út megtételéhez szükséges idő. Így egy mérésen belül 3 elmozdulást lehet értékelni (A-B, A-C és B-C) és az ismeretlen esetén a három párhuzamos mérés miatt összesen 3x3, azaz 9 mérésből határozható meg a kívánt átviteli szám. A mért adatokat táblázatban foglaltam össze.

$$F = 96485 \text{ C/mol}, \quad I = 3 \text{ mA} = 0,003 \text{ A}$$

$$t_{H^+} (c = 0,05 \text{ mol/dm}^3 \text{ sósav}) = 0,831$$



Mérés száma	B / s	C / s	$C - B / s$
1	450,62	799,00	
2	451,12	800,01	
3	450,92	799,05	

1. táblázat. Az ismert koncentrációjú és átviteli számú oldat esetén mért adatok.

Mérés száma	B / s	C / s	$C - B / s$
1	587,16	1067,81	
2	577,46	1044,40	
3	598,56	1070,40	

2. táblázat. Az ismeretlen esetén mért adatok.

- d) Vezessétek le, hogyan következik a $\frac{t_{H^+} \cdot Q}{F} = c \cdot V$ egyenletből a $\frac{t_{H^+} \cdot I \cdot t}{F \cdot q \cdot c} = V$ egyenlet!
- e) Rajzoljátok le a mérés során használt berendezés!
- f) Egészítsétek ki a mérési táblázatokat a B és C jel közötti út megtételéhez szükséges időikkel!
- g) Nevezzétek meg és határozzátok meg az ismert koncentrációjú sósav során mért adatok segítségével a készülék kiértékelés szempontjából lényeges paramétereit!
- h) Mekkora az ismeretlen oldatban a H^+ átviteli száma?
- i) Mekkora a mérés hibája, ha az a következő képlettel számolható ki: $HIBA = \frac{t \cdot S}{\bar{n}}$, ahol a t értéke ebben az esetben 2,306; az S a szórást, míg az n az adatok számát jelöli!



2. feladat

Az ionizáló sugárzások mindenhol jelen vannak a környezetünkben, azaz testünk folyamatos sugárzásnak van kitéve. Tehát általánosságban egy nagyon gyenge intenzitású sugárzást (természetes háttérsugárzás) kapunk, melyhez az élőlények szervezete már alkalmazkodott az évmilliók során. A Földön ez a sugárzás időben és térben nem állandó, ezért fontos megvizsgálni az egyes részeit, hogy jobban fel tudjuk mérni az esetlegesen veszélyes helyeket, időpontokat.

A sugárforrások erősségét az aktivitásuk jellemzi, azaz hány darab bomlás történik másodpercenként. Az aktivitás SI mértékegysége a becquerel (Bq, bomlás/s). Mivel magát a bomlást nehéz megmérni, ezért általában a bomlás során keletkező és eltávozó részecskét mérjük egy detektorral, így az aktivitás helyett beütésszámnak nevezzük a mért mennyiséget, melyből a mérési idővel elosztva kapjuk az aktivitást (beütés/s mértékegységgel kifejezve). A másik fontos fogalom a sugárzások esetében az elnyelt dózis fogalma, ez a tömeg egységnek átadott energia. Az elnyelt dózis jele a D és SI mértékegysége a gray (Gy, J/kg). Az effektív dózis (E) mutatja meg legjobban a biológiai hatást, hiszen itt különböző faktorokkal súlyozzuk az elnyelt dózist a sugárzás és az elnyelő szövet milyensége alapján. Ennek a mértékegysége a sievert (Sv, J/kg). A dózisterhelés pedig az egységnyi idő alatt elnyelt dózist jelenti, így mértékegysége a Sv/év vagy az Sv/óra. Magyarországon a természetes háttérsugárzás 2,4 mSv/év effektív dózissal terheli átlagosan az embert. Ez származhat a világűrből, a talajból, a növényekből és az élelmiszerekből is, illetve ehhez hozzájön még az emberi tevékenység nyomán bennünket érő dózis.

A természetes háttérsugárzás egyik eleme a kozmikus sugárzás, mely a Napból és a galaktikus forrásból származó nagy energiájú részecskék alkotnak. A legnagyobb részüket a Föld mágneses tere eltéríti, de egy részük eléri a felszínt. A kozmikus sugárzás dózisterhelése a tengerszinten átlagosan 0,27 mSv/év, 4000 m-es magasságban már 2 mSv/év, míg a repülőgépek által használt 8-10 km-es magasságban már 3-4 μ Sv/óra.

- Mi az oka annak, hogy a földfelszín felé haladva egyre csökken a kozmikus sugárzás dózisterhelése?
- Rajzoljátok fel a dózisterhelés görbét a magasság függvényében a megadott 3 adat alapján! Milyen tulajdonsággal mutathat ez korrelációt?

A kozmikus sugárzás méréséhez két β -sugárzásra érzékeny szcintillációs detektort és egy koincidencia-kört használtunk. A koincidencia-kör biztosította, hogy csak olyan részecskéket észleljünk, melyek mindkét detektoron áthaladtak. Először függőlegesen, majd vízszintesen helyeztük egymás mellé a detektorokat, ezáltal a kozmikus sugárzás irányfüggését tanulmányozhattuk. A mérési adatok a következők voltak:

Minta	Mérés ideje / s	1. mérés	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9. mérés
Függőleges	50	17	15	18	17	11	15	16	15	20
Vízszintes	50	13	12	16	19	14	19	18	13	28

- Számoljátok ki a beütésszámok mért átlagát!
- Az átlagok és a szórás alapján van-e a kozmikus sugárzásnak irányfüggése?



A természetes háttérsugárzásnak számos forrása a Földön található, ugyanis sugárzás ér minket a talajból, illetve a növények és állatok felől is. Ezen sugárzásért főként három nuklid a ^{238}U , a ^{232}Th és a ^{40}K a felelős, melyek a Föld keletkezésekor épültek be a környezetbe.

- e) Soroljatok fel 4 olyan anyagot, melyek a közvetlen közelünkben lehetnek, és ezen három nuklid közül legalább egyet tartalmaznak, így irányukból sugárzás ér minket!

A földkéreg eredetű háttérsugárzás jellemzéséhez két agyagmintát (1. és 2.), valamint három kőzetet (bazalt, budaörsi mészkő és márvány) vizsgáltunk egy kizárólag gammasugárzásra érzékeny szcintillációs detektorral. Első mérésenként minta nélkül mértük meg a mérési helyen található háttérsugárzást. A mérési adatok a következők voltak:

Minta	Mérés ideje / s	1. mérés	2. mérés	3. mérés
Háttérsugárzás	100	1025	1028	1073
1. agyag	100	1195	1174	1223
2. agyag	100	1191	1212	1201
Bazalt	100	1103	1113	1060
Budaörsi mészkő	100	1088	1182	1104
Márvány	100	992	1003	1037

- f) Miért szükséges a háttérsugárzás megmérése?
- g) Számoljátok ki az átlagos beütésszámokat, a háttérrel korrigált beütésszámokat és ez utóbbiból a mért aktivitást (beütés/s-ban kifejezve)!
- h) A mért aktivitások alapján mely anyagok sugároznak és miért?

A XX. század előtt a természetes háttérsugárzást nem befolyásolta az emberi tevékenység. Azonban a technológia fejlődésével ez a faktor (antropogén eredetű háttérsugárzás) is megjelent. Elsőként a kísérleti atombomba robbantások által került nagy mennyiségű radioaktív szennyezőanyag a légkörbe, mely nagy területen szóródott szét. Később a balesetek (Csernobil, Windscale, repülőgépek, tengeralattjárók...) és a hulladékkezelési hibák okozták radioaktív anyagok szétszóródását. Napjainkban a legjelentősebb antropogén hatást az orvosdiagnosztikában és terápiában illetve a tudományos kutatásban alkalmazott sugárforrások jelentik.

Egy Csernobilból származó talajminta ^{137}Cs -szennyeződésének β -sugárzását mértük, erre érzékeny szcintillációs detektorral. A mintavétel 2006-ban történt, cm-enként darabolták fel a mintát, így mi mélység szerint mérhettünk. A mérési adatok a következők voltak:

Mélység / cm	Mérés ideje / s	Mért beütésszám
Háttér	100	1618
1	100	1587
2	100	1629
3	100	1876
4	100	1974
5	100	1776
6	100	1791
7	100	1689
8	100	1534



- i) Számoljátok ki a háttérrel korrigált beütésszámokat és a mért aktivitást (beütés/s-ban kifejezve)!
- j) Rajzoljátok fel a mért aktivitás függését a mélységtől, és grafikusan határozzátok meg, hogy átlagosan hány cm-es mélységben tart a ^{137}Cs -szennyeződés!
- k) Mekkora a ^{137}Cs -szennyeződés diffúziójának sebessége cm/év-ben kifejezve?

A ^{40}K -sugárzása alapján mérhető egy tengeri só minta KCl tartalma. Az önabszorpciós görbe alapján a grammaban kifejezett telítési rétegvastagság 5 és 6 g között van. Így a bemérésnél nem számít, hogy milyen pontosan mérünk be, elegendő kb. 6 g-ot bemérni a mintákból.

A mennyiségi meghatározás előtt felvettünk ismert pontokat a kalibrációs görbe elkészítéséhez. A kalibrációs egyenest 3 pontra lehet illeszteni (háttér, mint 40 K -t nem tartalmazó pont, 50-50 % KCl és NaCl keverék és tiszta KCl), és az ismeretlen összetételű tengeri sóminta aktivitása alapján meghatározható a KCl tartalma. A radioaktivitás méréséhez ^{40}K -sugárzásra érzékeny szcintillációs detektort használtunk. A mért adatokat táblázatban foglaltuk össze. A mérési adatok a következők voltak:

Minta	Mérés ideje / s	1. mérés	2. mérés	3. mérés
Háttér	60	15	18	17
50 % NaCl/KCl	60	213	224	223
KCl	60	454	435	467
Tengeri só	60	36	31	39

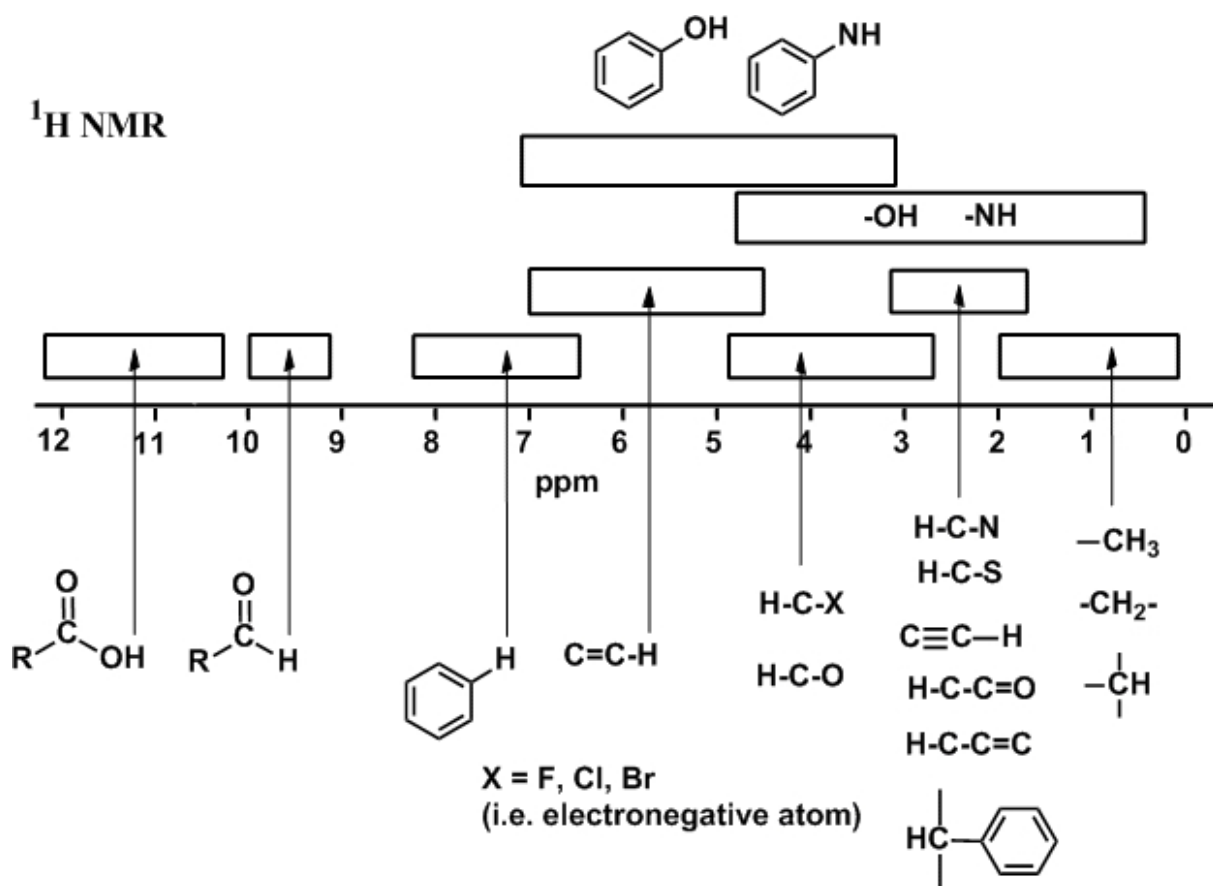
- l) Számoljátok ki az átlagos beütésszámokat, a háttérrel korrigált beütésszámokat és ez utóbbiból a mért aktivitást (beütés/s-ban kifejezve)!
- m) Illessztek egyenest a 3 darab kalibrációs pontra, és írjátok fel az egyenes egyenletét!
- n) A kalibrációs egyenest használva számoljátok ki a tengeri sóminta KCl tartalmát!



3. feladat

Iparos Lajos, a valószínűtlenül hebehurgya vegyész-mérnök a gyára üzemcsarnokába lépve elgondolkodott, hogy mit is termel éppen. Azonban hiába törte a fejét, csak nem emlékezett rá, és büszkesége nem engedte, hogy megkérdezze az ott dolgozó kollégáját. Ezért úgy döntött, hogy mintát vesz a kiindulási anyagokból, a köztitermékből és a végtermékből, hogy aztán azokat kielemezve rájöhhessen, mit is termel a gyára.

A reakció két fő kiindulási anyagából vett mintát elsőként. Ezeket aztán NMR spektrométer segítségével vizsgálta. A kapott spektrumok megfejtéséhez az alábbi táblázatot hívta segítségül:



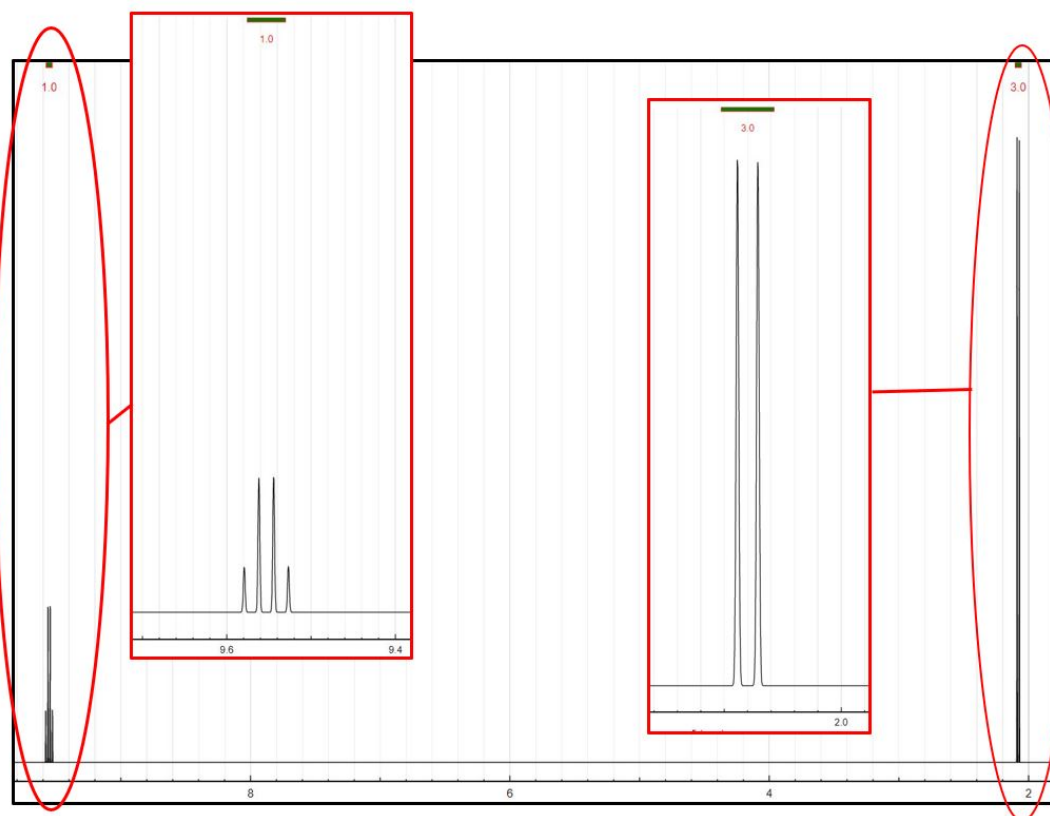
A spektrumon található csúcsok a kémiai azonos környezetben található hidrogénatomokhoz rendelhetők (például egy metil-csoport hidrogénjeihez ugyanaz a csúcs rendelhető, hiszen a „környezetük” ugyanaz). A táblázatban az egyes funkciós csoportokban található hidrogénatomok jellemző kémiai eltolódását (az NMR spektrumok x-tengelye, mértékegysége ppm) találhatjátok.

A dőlt betűvel jelölt kérdéseknél segítséget 2 · 10 percben kaphattok, ehhez 10:00-ás kezdettel osztottuk be a csapatokat. Kérjük, legyetek pontosak!

Ezek végső megoldásának helyességéről háromszor szabad kérdezni (akár visszamenőleg is), három féle választ kaphattok ezekre a kérdésekre: helyes/majdnem helyes/helytelen.



Az első kiindulási anyag proton NMR spektruma itt látható:



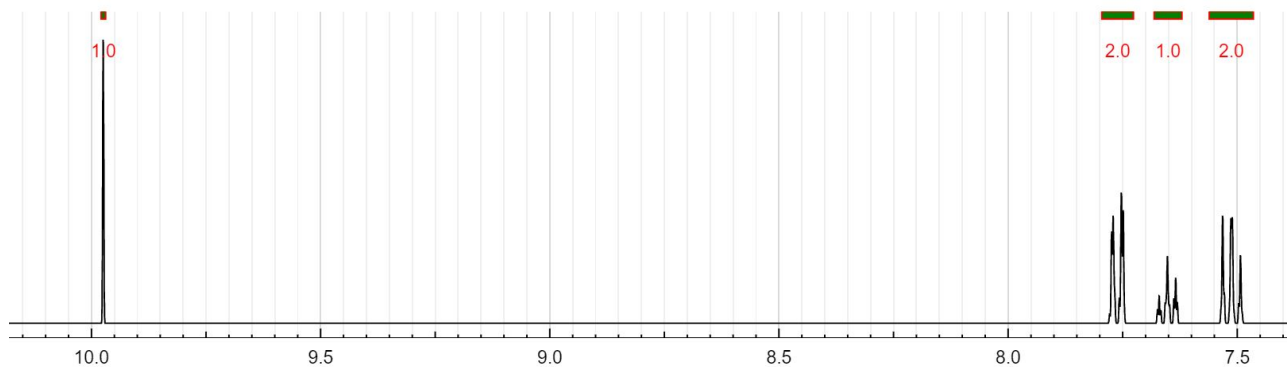
- Milyen funkcióscsoportok lehetnek az első kiindulási vegyületben? Mi alapján döntöttetek így?
- Mit jelentenek a számok a zöld téglalapok alatt? A számok alapján mi lehet az első kiindulási vegyület képlete?

A fenti spektrumon kizárólag úgynevezett elsőrendű csatolások láthatók. Az önálló csúpscsoportok egy bizonyos N+1-es szabályt követnek.

- Mit jelölhet a szabály nevében az N betű? A kiindulási komponens képlete sokat segíthet!

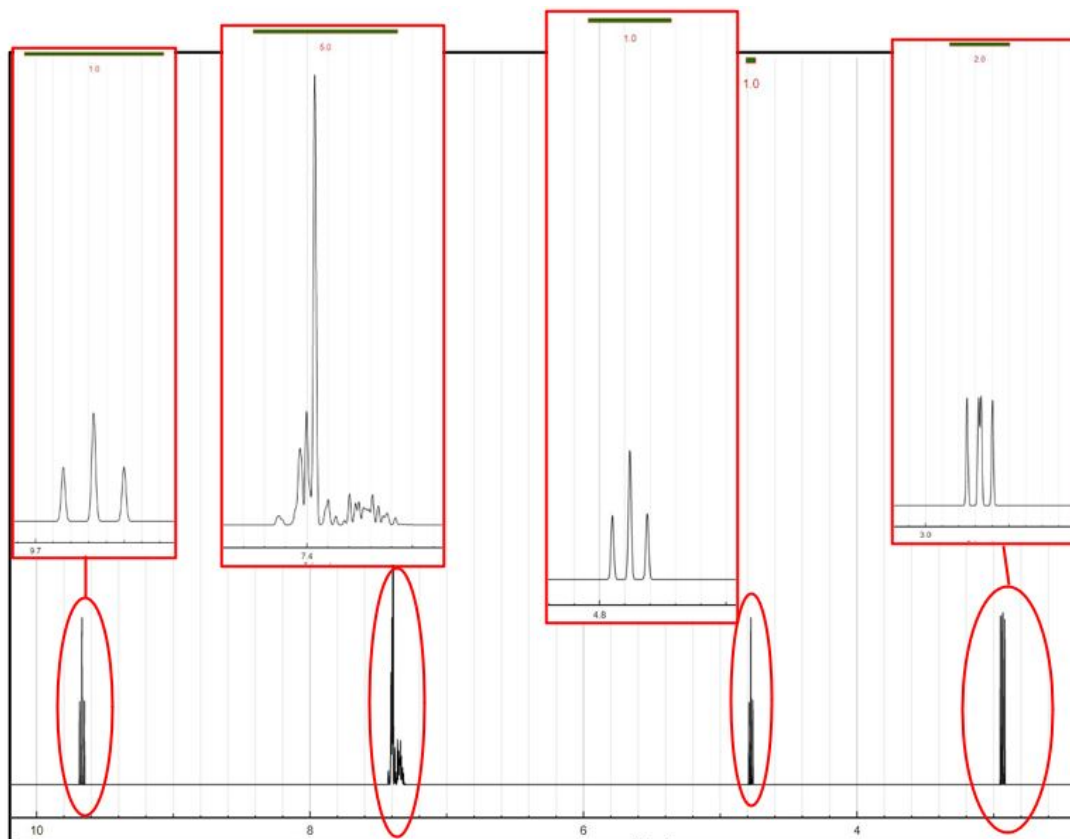


A második kiindulási komponens spektrumát itt láthatjátok:



d) Mi lehet a második komponens képlete?

Iparos Lajos ezután a köztiterméket vette szemügyre. Ennek spektruma itt található:



Iparos Lajos a spektrumot jobban szemügyre véve 11 ppm-nél észrevett egy nagyon kilaposodott csúcsot, melyben egy alkoholos hidrogént vélt felfedezni.

e) *Mi lehet az oka az alkoholos hidrogén csúcsának kiszélesedésének, ellapulásának?*



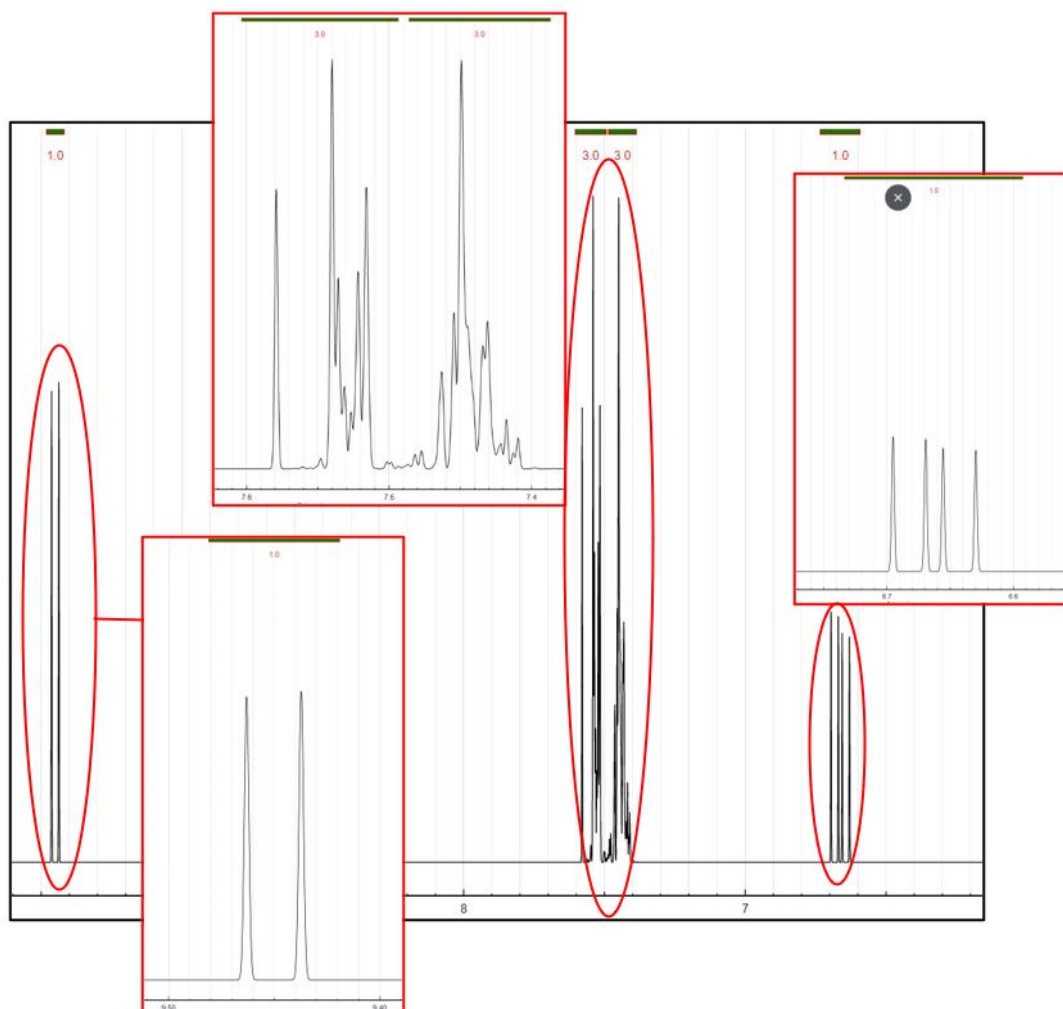
A spektrumot vizsgálva Iparos Lajos felfedezte, hogy a kiindulási anyagok legtöbb protonjának csúcsa nem változtatott helyet számottevően. A zöld téglalapok alatt található számokat is figyelembe véve rá is jött a reakció típusára.

- f) Mi a reakció típusa (addíció, elimináció, kondenzáció stb.), és miért gondoljátok így?
- g) *Mi lehet a köztitermék képlete? Mely funkciós csoportok tartoznak a pirossal bekarikázott csúcsokhoz a proton NMR spektrumban? Adjátok meg a vegyület szabályos nevét!*

Iparos Lajos ekkor már tudta, hogy miféle reakcióval áll szemben, eszébe jutott ugyanis, hogy a reakció a „szerzői” nevét a köztitermék funkciós csoportjairól, és a reakció típusáról kapta.

- h) Mi a reakció általánosan használt elnevezése?

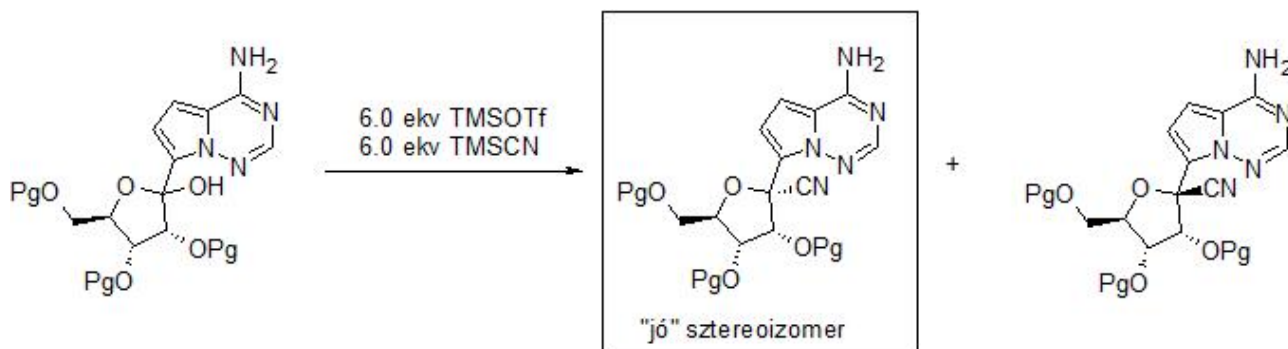
Iparos Lajos annak ellenére, hogy rájött a reakció kilétére, úgy döntött, megvizsgálja a végterméket is, hogy ezáltal megbizonyosodjon arról, hogy a folyamat rendben végbement. A végtermék spektrumát itt találjátok:





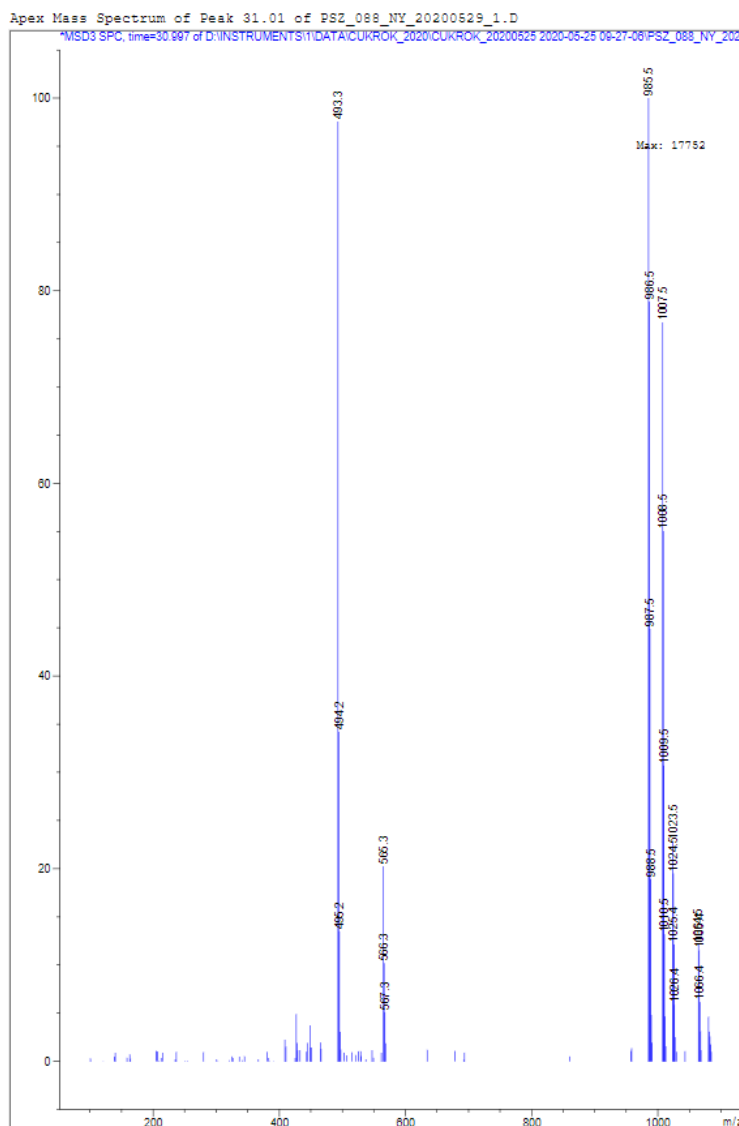
- i) Milyen folyamat zajlott le a reakció második részében?
- j) Nevezzétek el a végterméket! Mi a termék triviális neve?
- k) A végtermék esetében mely funkciós csoportok tartoznak a pirossal bekarikázott csúcsokhoz a proton NMR spektrumban?

Iparos Lajos a koronavírus járvány kitörése után úgy gondolta, hogy gyára kapacitásával besegít a lehetséges gyógyszerek előállításába. Az egyik ígéretes gyógyszermolekula gyártásának egyik köztes lépést kapta feladatul egy nagy gyógyszergyártól. A reakció egyenletét a következő egyenlet fejezi ki:



- l) Mi lehet a TMSOTf szerkezeti képlete, ha neve trimetilszilil-trifluormetánszulfonát és mi lehet a TMSCN szerkezeti képlete, ha tudjuk, hogy a neve trimetilszilil-cianid?
- m) Mi lehet az első intermedier szerkezete, ha tudjuk, hogy a glikozidos hidroxilcsoportot támadja meg a trimetilszilil-trifluormetánszulfonát és trifluormetánszulfonsav keletkezik melléktermékként?

Sajnos a reakció végén nagyon kis mennyiségben keletkezett a várt termék. Iparos Lajos arra gondolt, hogy a TMSOTf-ből keletkező trifluormetán-szulfonsav által erősen savassá vált közeg okozhatott valami mellékreakciót, hiszen köztudott, hogy a primer hidroxil-csoportok erősen savas közegben könnyen elveszítik a védőcsoportjukat (a Pg-vel jelzett védőcsoport terc-butildimetil-szilil védőcsoportot takar). Valamint az is ismert, hogy a reakció második lépésében a glikozidos O-atom a trimetilszilil csoporttal együtt távozik a molekulából, karbokationt hagyva maga után. Ezért a reakcióelegyet tömegspektrométer segítségével vizsgálta. A következő spektrumot kapta:



- n) Melyik csúcs igazolja, hogy valóban eltávozott egy védőcsoport az intermedier molekulából?
- o) Milyen molekulával tudjátok magyarázni a 985,5 m/z-nél látható jelet? Meg lehet -e ezen molekula keletkezésével magyarázni, hogy a reakció során csak kis mennyiségű végtermék keletkezett?
- p) Milyen változtatást javasolnátok Iparos Lajosnak, hogy sikeresebben tudja előállítani a kívánt terméket?

A feladatok során 4 értékes jeggyel számoljatok! A szükséges adatok a függvénytáblázatban megtalálhatóak! Az első és a második feladat részletesen indokolt megoldása 16 pontot ér, míg a harmadik feladatért 20 pont szerezhetsz. A feladatok megoldásához függvénytáblázat, számológép és íróeszközök használhatóak. Sikeres versenyzést kívánunk!