

GYAKORLATI FORDULÓ



Making science together!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Instrukciók

- A feladatsor 27 oldalas.
- A kezdés előtt **“Read”** utasítást adnak. Ekkor 15 perced van a feladatsor áttanulmányozására. Csak olvashatsz ilyenkor, **írnod és számológépet használnod** nem szabad!
- Az érdemi munkát a **“Start”** utasítás kiadásakor kezdheted. Ettől kezdve van **5 órád** dolgozni.
- Bármilyen sorrendben végezheted a feladatokat, de az a javaslat, hogy a **P1 feladattal** kezdj.
- Az eredményeidet és válaszaidat **tollal kell a válaszdobozokba írnod!** Ami máshol van, nem értékelik.
- Firkapapírnak a hátoldalakat használhatod, de ne feledd, ami nem a válaszdobozban van, nem értékelik.
- A hivatalos angol változatot elkérheted, ha nem voltunk képesek értelmesen lefordítani a feladatokat.
- Ha ki kell menned (WC, innivaló, ennivaló), emeld fel a megfelelő kártyát. Egy laboráns elkísér majd.
- Az asztalok felett levő polcot nem használhatod (ugyanis nincs minden laborban).
- A laborbiztonsági szabályokat figyelembe kell vened. Megszegésük esetén egy figyelmeztetést kapsz. További szabályszegés esetén kizárnak a laborból, és törlik a laboreredményed!
- Vegyszert és eszközt csak egyetlen alkalommal pótolnak büntetés nélkül. Minden további esetben 1 pontot vesztesz a laborforduló 40 pontjából.
- A laboránsok szólnak a vége előtt fél órával.
- Amikor a **“Stop”** felszólítást hallod, azonnal be kell fejezned a munkát. Ha egy percen túl is dolgozol vagy írsz, törlik a laboreredményed.
- A **“Stop”** után a laboránsok aláírják a dolgozatod.
- Miután mindketten aláírtátok, tedd a dolgozatot a borítékba, és add be a termékeddel és a VRK lapokkal együtt!

Biztonsági szabályok

- Begombolt köpenyt és zárt lábbelit kell végig viselned!
- Védőszemüveget vagy saját szemüveget kell viselned amíg a laborban dolgozol. Ne használj kontaktlencsét!
- A laborban enni, inni, rágózni nem lehet!
- Csak a számodra kijelölt asztalon dolgozhatsz. Tartsd a saját és közös munkahelyed rendben!
- Nem csinálhatsz mást, és nem alakíthatod át a feladatokat!
- Ne pipettázz szájjal, használj pipettalabdát!
- Ha kiömlik vagy eltörik valami, egyből takarítsd fel!
- Minden hulladékot megfelelően helyezz el! A vizes oldatokat a mosogatóba ereszheted. A szerves oldatokat az erre szolgáló edénybe kell tenned.

Physical constants and equations

In these tasks, we assume the activities of all aqueous species to be well approximated by their respective concentration in mol L⁻¹. To further simplify formulae and expressions, the standard concentration $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$ is omitted.

Avogadro's constant:

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Universal gas constant:

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Standard pressure:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Atmospheric pressure:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Zero of the Celsius scale:

$$273.15 \text{ K}$$

Faraday constant:

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Watt:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilowatt hour:

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planck constant:

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Speed of light in vacuum:

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementary charge:

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Electrical power:

$$P = \Delta E \times I$$

Power efficiency:

$$\eta = P_{\text{obtained}} / P_{\text{applied}}$$

Planck-Einstein relation:

$$E = hc / \lambda$$

Ideal gas equation:

$$pV = nRT$$

Gibbs free energy:

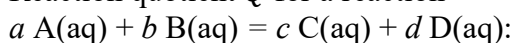
$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

Reaction quotient Q for a reaction



$$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$$

Henderson–Hasselbalch equation:

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$$

Nernst–Peterson equation:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

$$\text{at } T = 298 \text{ K, } \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon l c$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- First order:

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- Second order:

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

Half-life for a first order process:

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

Number average molar mass M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

Mass average molar mass M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Polydispersity index I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Note

The unit of molar concentration is either “M” or “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Periodic table

1																	18		
1 H 1.008		2										13		14	15	16	17	2 He 4.003	
3 Li 6.94		4 Be 9.01										5 B 10.81		6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18	
11 Na 22.99		12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95	
19 K 39.10		20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80	
37 Rb 85.47		38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3	
55 Cs 132.9		56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -	
87 Fr -		88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -	

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Health hazards

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Environmental hazards

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Vegyszerek

Minden feladathoz

Anyag	Címke	GHS hazard statements
Ioncserélt víz: - Spriccflaskában (asztalon) - Műanyag edény (asztalon) - Marmonkanna (fülkénél)	Deionized Water	Not hazardous
Etanol, spriccflaskában	Ethanol	H225, H319
Fehérbor-minta, 300 ml, barna műanyag edényben	Wine sample	H225, H319

P1 feladat

Anyag	Címke	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyd, 1,51 g, barna üvegfiolában	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
A eluens, 20 ml, üvegfiolában	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
B eluens, 20 ml, üvegfiolában	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (kálium-peroxomonoszulfát só), 7,87 g, műanyag edényben	Oxone®	H314
4-nitrobenzaldehyd minta VRK-hoz	TLC standard	H317, H319

P2 feladat

Anyag	Címke	GHS hazard statements
1 M kálium-tiocianát-oldat, 20 ml, műanyag edényben	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0,00200 M kálium-tiocianát-oldat, 60 ml, műanyag edényben	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perklórsav-oldat, 10 ml, műanyag edényben	HClO ₄	H290, H315, H319
0,00200 M vas(III)-oldat, 80 ml, műanyag edényben	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0,000200 M vas(III)-oldat, 80 ml, műanyag edényben	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0,3% hidrogén-peroxid-oldat, 3 ml barna üvegedényben	H ₂ O ₂	Not hazardous

P3 feladat

Anyag	Címke	GHS hazard statements
0,01 M jóoldat, 200 ml, barna műanyag edényben	I₂	H372
0,03 M nátrium-tioszulfát-oldat, 200 ml, műanyag edényben	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH-oldat, 55 ml, műanyag edényben	NaOH	H290, H314
2,5 M kénsavoldat, 80 ml, műanyag edényben	H₂SO₄	H290, H315, H319
0,5 M kálium-jodid-oldat, 25 ml, műanyag edényben	KI	H372
Kálium-jodát, kb. 100 mg (pontos tömeg a címkén), üvegfiolában	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Keményítőoldat, 25 ml, műanyag edényben	Starch	Not hazardous

Eszközök
Minden feladathoz

Micsoda	Mennyi
Pipettalabda	1
Védőszemüveg	1
1 literes műanyagedény szerves oldatoknak, felirat "Organic waste"	1
Papírtörlő	15
Optikai törlő	30 lap
Spatula (nagy)	1
Spatula (kicsi)	1
Stopper	1
Ceruza	1
Radír	1
Fekete toll	1
Üvegre író filc	1
Vonalzó	1

Közös használatra	Mennyi
UV lámpa a VRK-hoz	2 db egy laborban
Koloriméter	5 db egy laborban
Kesztyűk	Kérni kell a laboránstól (van S, M, L, XL)
Jég, vödörben	1 db egy laborban

P1 feladat

Micsoda	Mennyi
Állvány:	1
- Dió és kisebb fogó	2
- Dió és nagyobb fogó	1
Csiszolatos Erlenmeyer-lombik, 100 ml	1
Csiszolatos Erlenmeyer-lombik, 50 ml	1
Visszafolyós hűtő	1
Keverős rezsó	1
Kristályosító tál	1
Keverőbaba	1
Szívópalack	1
Büchner-tölcsér gumikónusszal	1
Zárható zacskó, benne 3 szűrőpapír	1
Petri-csésze	1
VRK futtató edény, címke "TLC elution chamber"	1
Zárható zacskó, kóddal felcímkézve, benne 3 fluoreszcens VRK lap	1
Osztásos kapillárisok a VRK-hez (a Petri-csészében)	4
Műanyag csipesz	1
Üvegbot	1
Mérőhenger, 25 ml	1
Főzőpohár, 150 ml	2
Műanyag portölcsér	1
Műanyag Pasteur-pipetta	2

Csavaros barna üvegfiola, a VRK mintákhoz, 1,5 ml, címke C és R	2
Előre lemért barna üvegfiola, 10 ml, fedővel, a kódoddal felcímkézve	1
Babakivevő mágnes	1

P2 feladat

Micsoda	Mennyi
Pipetta, 10 ml	1
Osztott pipetta, 10 ml	3
Osztott pipetta, 5 ml	3
Kémcsőállvány	1
Kémcső	15
Kémcsődugó	7
Küvetta a koloriméterhez, úthossz 1,0 cm	2
Főzőpohár, 100 ml	2
Műanyag Pasteur-pipetta	15

P3 feladat

Micsoda	Mennyi
Állvány fogóval	1
Büretta, 25 ml	1
Üvegtölcsér	1
Erlenmeyer-lombik, 100 ml	3
Erlenmeyer-lombik, 250 ml	3
Főzőpohár, 150 ml	1
Főzőpohár, 100 ml	2
Mérőlombik dugóval, 100 ml	1
Pipetta, 50 ml	1
Pipetta, 25 ml	1
Pipetta, 20 ml	1
Mérőhenger, 25 ml	1
Mérőhenger, 10 ml	1
Mérőhenger, 5 ml	1
Műanyag Pasteur-pipetta	3
Parafilm	20 darab

P1 feladat az összes 13%-a	Kérdés	Termelés	Tisztaság	VRK	P1.1	P1.2	Össz
	Max	12	12	8	2	3	37
	Pont						

P1 feladat: A nitrobenzaldehyd zöld oxidációja

A vegyészek az elmúlt évtizedekben igyekeztek a mérgező oxidálószereket kiváltani, így csökkentve a veszélyes hulladék mennyiségét. Ebben a feladatban a kálium-peroxomonoszulfát lesz az oxidálószerünk, mivel használata során csak ártalmatlan szulfátsók keletkeznek. A reagenset most Oxone[®] formájában kapjátok meg. Ha ez még nem lenne elég zöld, akkor az eljárásban víz és etanol elegye lesz az oldószer, aminek papírja van a zöldségről.

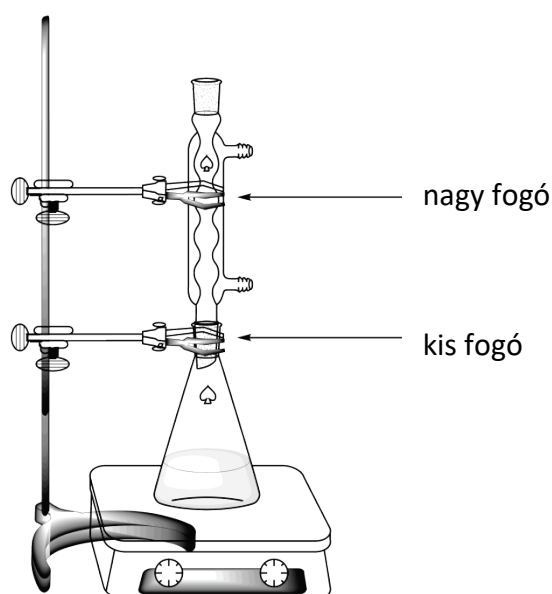
A feladat során 4-nitrobenzaldehydet fogsz oxidálni, majd átkristályosítani; VRK eluenseket hasonlítás össze és tisztaságot ellenőrző VRK-val.

Megjegyzés: Az etanolos hulladékot és az eluenseket az "Organic waste" feliratú gyűjtőbe öntsd ki.

Eljárás

I. A 4-benzaldehyd oxidációja

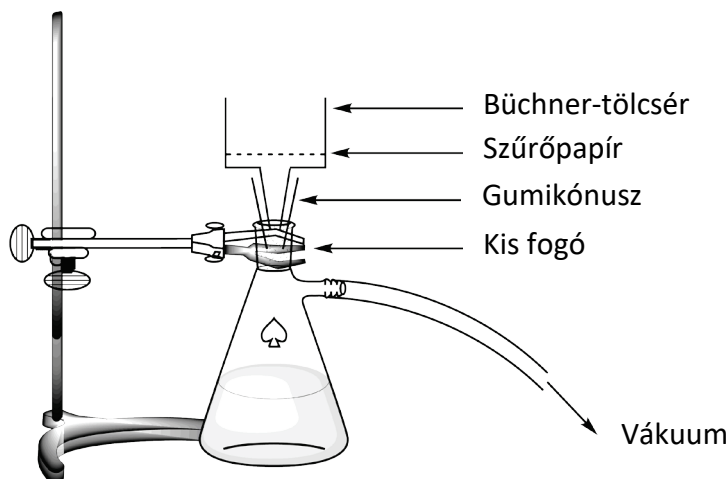
- Keverj össze** 20 ml vizet és 5 ml etanolt!
- Tedd bele** a mágneses keverőbát a 100 ml-es **csiszolatos** Erlenmeyer-lombikba!
- Öntsd** az előre kimért 1,51 g 4-nitrobenzaldehydet az Erlenmeyer-lombikba! **Öntsd hozzá** az előzőleg elkészített etanol/víz elegy teljes mennyiségét! **Rögzítsd** az Erlenmeyer-lombikot az állványra! **Kezdd el kevertetni** az elegyet, majd **add hozzá** az előre kimért 7,87 g Oxone[®]-t!
- Helyezd a lombikra** a visszafolyós hűtőt a fogó meglazításával, és illeszd össze a csiszolatokat (lásd 1. ábra)! **Jelentkezz** a HELP kártyával! A laboráns fogja kinyitni a csapot és beállítani a fűtést a mágneses keverőn.
- Melegítsd** az elegyet enyhe forrásban (másodpercenként kb. 1 csepp cseppenjen vissza a hűtőből) 45 percig! A platni szabályozóján be van jelölve az az állás, ami az enyhe forráshoz szükséges.



1. ábra. A reakcióelegy forralásához szükséges készülék rajza.

6. Ezután **kapcsold ki** a platni fűtését! **Vedd el** a rezsót, és **hagyd** hűlni 10 percig a reakcióelegyet! Majd **állítsd bele** a jeges vízzel megtöltött kristályosítótálba! **Hagyd** állni további 10 percig!

7. **Szereld össze** a vákuumszűréshez a készüléket Büchner-tölcsért, szűrőpapírt és szívópalackot használva (lásd 2. ábra), és az egészet a kis fogóval rögzítsd az állványhoz! **Jelentkezz** a HELP kártyával! A laboráns fogja megmutatni, hogy csatlakoztasd a vákuumforrást a szívópalackhoz.



2. ábra. A vákuumszűrő készülék rajza.

8. **Nedvesítsd be** vízzel a szűrőpapírt, miután elhelyezted úgy, hogy biztosan elfedje a Büchner-tölcséren a lyukakat!

9. **Önts** a nyersterméket tartalmazó szuszpenziót a Büchner-tölcsérre, és helyezd vákuum alá a készüléket! **Mosd** a szilárd anyagot ioncserélt vízzel (legalább 4×20 ml)!

10. **Hagyd** 5 percig levegőátszívattal száradni a csapadékot! **Vedd le** a vákuumról! A **C jelű** 1,5 ml-es barna üvegfiolába a kis spatulát **használva** tegyél egy spatulahegynyi mintát a termékéből! **Zárd le** a fiolát, és **tedd el** a III. részre!

11. **Kapard át** a megmaradt szilárd anyag teljes mennyiségét az 50 ml csiszolatos Erlenmeyer-lombikba!

12. **Önts** az anyalúgot az “Organic waste” feliratú gyűjtőbe, és mosd el a szívópalackot és a Büchner-tölcsért etanollal és vízzel! Az etanolos mosólevet **önts** az “Organic waste” feliratú gyűjtőbe.

II. A termék átkristályosítása

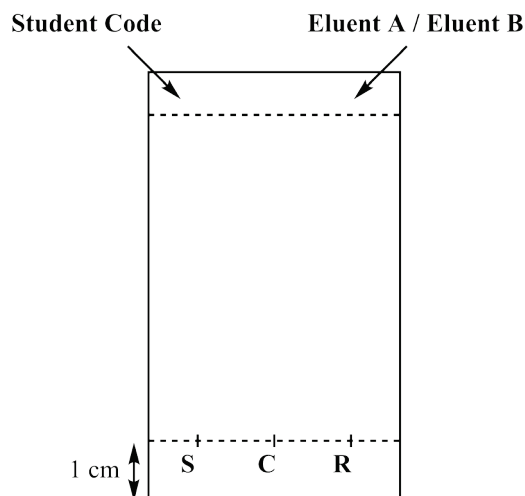
1. **Keverj össze** 9 ml vizet és 21 ml etanolt!

2. **Végezd el** a nyerstermék átkristályosítását az 50 ml-es Erlenmeyer-lombikban az előbb összekevert etanol/víz elegy szükséges mennyiségét használva! A forraláshoz alkalmazott készülék-összeállítást használd (lásd 1. ábra)! **Jelentkezz** a HELP kártyával! A laboráns fogja kinyitni a csapot és beállítani a fűtést a mágneses keverőn. A hűtőn keresztül is **hozzáadhatod** az oldószert!

3. Miután a termék kikristályosodott, **alkalmazd** a fentebb leírt eljárást (I.7-től I.10-ig) a termék izolálására! Az **R jelű** 1,5 ml-es barna üvegfiolába a kis spatulát **használva** tegyél egy spatulahegynyi mintát a termékből! **Zárd le** a fiolát és **tedd el** a III. részre!
4. **Kapard át** a megtisztított szilárd anyagot az előre lemért és a kódoddal ellátott üvegfiolába. **Zárd le** a fiolát!
5. **Önts** a szűrletet (anyalúgot) az “Organic waste” feliratú gyűjtőbe, és **jelentkezz** a HELP kártyával! A laboráns majd elzárja a hűtővizet.

III. VRK vizsgálat

1. **Készítsd össze a futtató edényt! Tölts** az edénybe kb. 0,5 cm magasságig “Eluent A” címkéjű eluent! Fedd le Petri csészével! **Vári**, amíg az eluens telíti az edény légterét!
2. **Készítsd el a mintáidat!** A „TLC standard” feliratú barna üvegfiolában kaptál 4-nitrobenzaldehyd mintát (a VRK-n csak S-el jelöld)! Ezenkívül tettél el a nyers termékből (C üvegfiola) és az átkristályosított termékből (R üvegfiola) is a két barna üvegfiolába. **Adj** mindegyik üvegcséhez kb. 1 ml etanolt, és oldd fel a mintákat!
3. **Készítsd el a VRK lapodat!** Használd a ceruzát a startvonal óvatos **felrajzolására** (kb. 1 cm-re a lap aljától), és **jelöld** a 3 minta helyeit a megfelelő sorrendben! **Írd** rá az S (Starting material, kiindulási anyag), C (Crude product, nyerstermék), R (Recrystallized product, átkristályosított termék) jelöléseket, ahogy a 3. ábra mutatja! A lap bal felső sarkába **írd a kódod**! A lap jobb felső sarkába **írd** fel a használt eluent (először **Eluent A**, azután **Eluent B**)! **Cseppentsd fel** a mintákat a lapra, használd ehhez a kapillárisokat!



3. ábra. A VRK lap vázlata

4. **Hajtsd végre a VRK vizsgálatot!** A csipesz segítségével **tedd** a VRK lapot a futtató edénybe, és **fedd le** Petri-csészével! **Hagyd**, hogy az oldószerfront a lap tetejétől kb. 1 cm-ig **érjen**! Csipesszel **vedd** ki a lapot, és az oldószer frontot **jelöld be** ceruzával, majd **hagyd** a lapot megszáradni!
5. **Értékelj ki a VRK lapot!** **Tedd** a VRK lapot a közös asztalokon lévő UV lámpa alá! Ceruzával **karikázd be** az összes látható foltot!
6. **Önts** az eluent az “Organic waste” feliratú gyűjtőbe!
7. **Ismételd meg** az 1, 3, 4, 5 és 6 lépéseket a “Eluent B” eluenssel!
8. **Tedd** a lapjaidat a kódoddal ellátott zárható zacskóba!

A VRK vizsgálat eredményei (**egészítsd ki** a vázlatokat az eredményeiddel). Ezek a VRK rajzok segíthetnek a további kérdések megválaszolásában. A skiccek nem lesznek pontozva.

Eluent A	Eluent B
SCR	SCR

A vizsga végén, a laboráns a következőket gyűjti be tőled:

- a **kódoddal** ellátott üvegfiolát, benne az átkristályosított termék;
- A és B VRK lapok a **kódoddal** ellátott zárható zacskóban

Submitted items

Recrystallized product ☐

TLC plate A ☐

TLC plate B ☐

Signatures/aláírás

Student/Diák

Lab Supervisor

Kérdések

9. **Vázold** a 4-nitrobenzaldehyd és Oxone[®] között lejátszódó reakció szerves termékének szerkezetét!

10. A VRK vizsgálataid alapján **válaszold** a következő kérdésekre!

- Melyik eluens jobb a reakció követésére?

☐ **A** ☐ **B**

- A nyers termék (C) nyomnyi mennyiségű 4-nitrobenzaldehydet tartalmaz.

☐ **True/Igaz** ☐ **False/Hamis**

- Az átkristályosított termék (R) nyomnyi mennyiségű 4-nitrobenzaldehydet tartalmaz.

☐ **True/Igaz** ☐ **False/Hamis**

P2 Az összes 14%-a	Kérdés	Kalibráció	Vas meghatározás	P2.1	P2.2	P2.3	Sztöchiometria meghatározás	P2.4	P2.5	Össz
	Max	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Pont									

P2 feladat. Bor és vas

A borban található vas is. Ha a koncentrációja nagyobb mint 10-15 mg/liter, a vas(II) oxidációja vas(III)-má minőségromlást és csapadékleválást eredményezhet. Ezért is fontos a bor vastartalmának meghatározása.

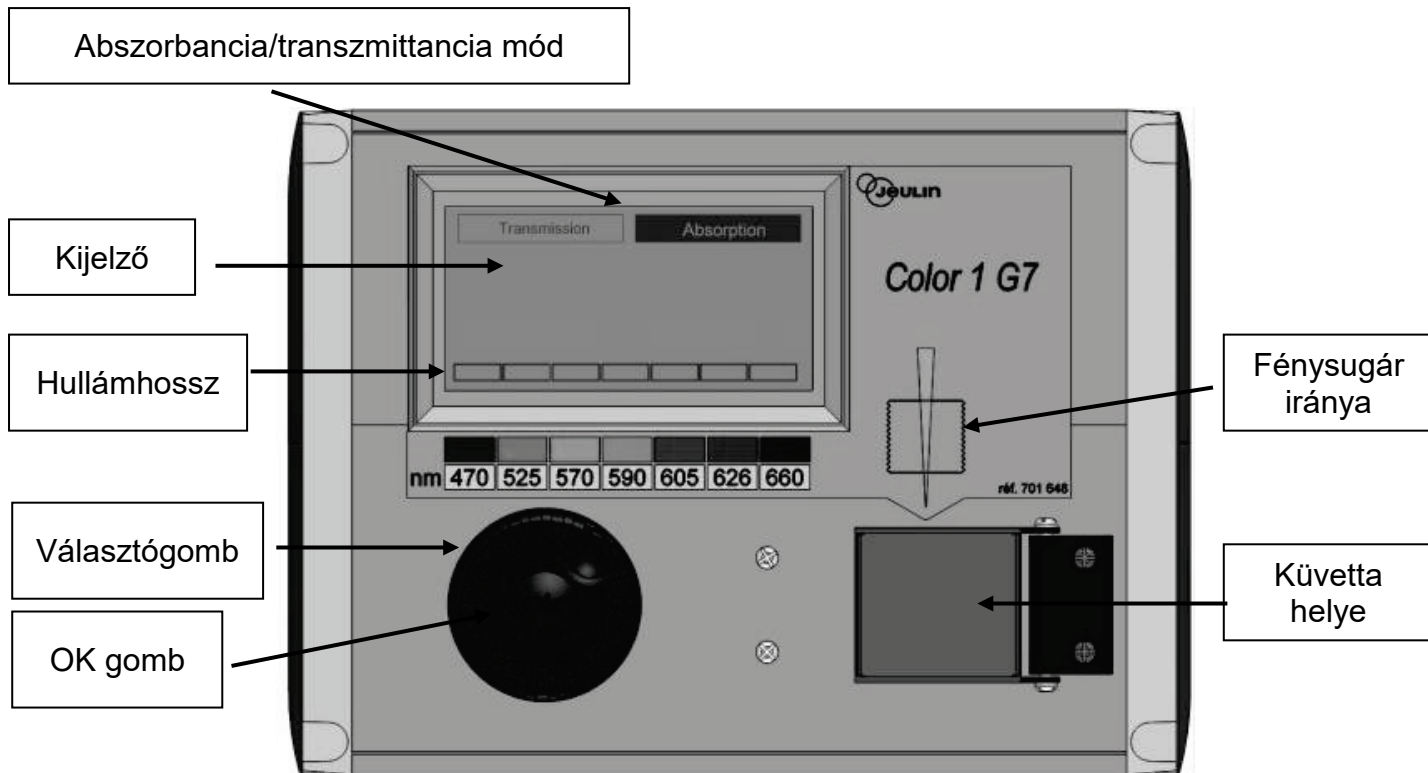
Minthogy a vastartalmú specieszek koncentrációja nagyon kicsi, a vas(III) és a tiocianát (SCN^-) komplexét lehet mennyiségi meghatározásra használni spektrofotometriás méréssel.

A feladatod, hogy a kapott fehérborban meghatározd a teljes vaskoncentrációt spektrofotometriával, és hogy megállapítsd a tiocianát–vas(III) komplex sztöchiometriáját.

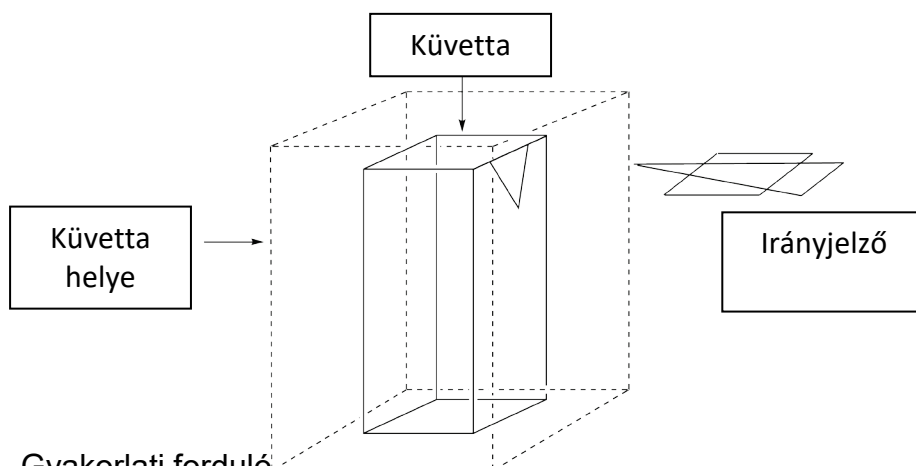
FIGYELMEZTETÉS

- A feladat során két-két eltérő koncentrációjú vas(III)- és kálium-tiocianát-oldatot használsz. Nagyon figyelj, hogy ne keverd össze őket !
- Ha összekeverted az oldatokat a spektrofotometriához, akkor a tiocianát hozzáadása után egy órán belül végezd el az abszorbancia megmérését!
- Ha szükséged van egy koloriméterre, emeld fel a HELP kártyát! Egy laboráns ad majd egy kóddal jelölt műszert. A készüléket 15 percig használhatod. A laboráns visszaveszi a kolorimétert, ha megvagy, vagy ha a 15 perc letelt. Ha épp nincs szabad koloriméter amikor neked kellene, akkor feltesznek egy várólistára.
- A koloriméter leírása a következő oldalon van.
- A kolorimétert háromszor kérheted el.

A koloriméter használata



- Dugd be a kolorimétert!
- Ellenőrizd, hogy az "Absorbance" van kijelölve! Ha nem, akkor tekerd addig a választógombot, amíg a szaggatott keret az "Absorbance" körül van, és nyomd meg az OK gombot!
- Forgasd a választógombot, amíg a szaggatott keret a kívánt hullámhossz (470 nm) körül van! Nyomd meg az OK gombot!
- Tedd be a referenciaoldattal legalább 3 cm magasságig feltöltött küvetta a helyére! Figyelj a helyes irányra! (A műszeren levő sárga nyíl mutatja fénysugár irányát.) Teljes ütközésig, erővel nyomd le a küvetta! Csukd rá a tetőt!
- Forgasd a választógombot, amíg a szaggatott keret az "Absorbance" körül lesz, és ekkor nyomd le az OK gombot! A megjelent opciókból a választógombbal válaszd a "Calibration" opciót és nyomd meg az OK gombot!
- Várd meg amíg a kijelző 0.00-t (vagy -0.00-t) mutat!
- Tedd be a mérendő oldattal legalább 3 cm magasságig feltöltött küvetta, és nyomd erősen a helyére! Csukd rá a tetőt!
- Olvasd le az abszorbanciát!



I. A bor vastartalmának meghatározása

Ebben a részben a 0,000200 M vas(III)-oldatra és az 1 M kálium-tiocianát-oldatra lesz szükséged.

Eljárás

1. **Készíts** 6 kémcsőben oldatokat az alább megadott térfogatok összekeverésével!

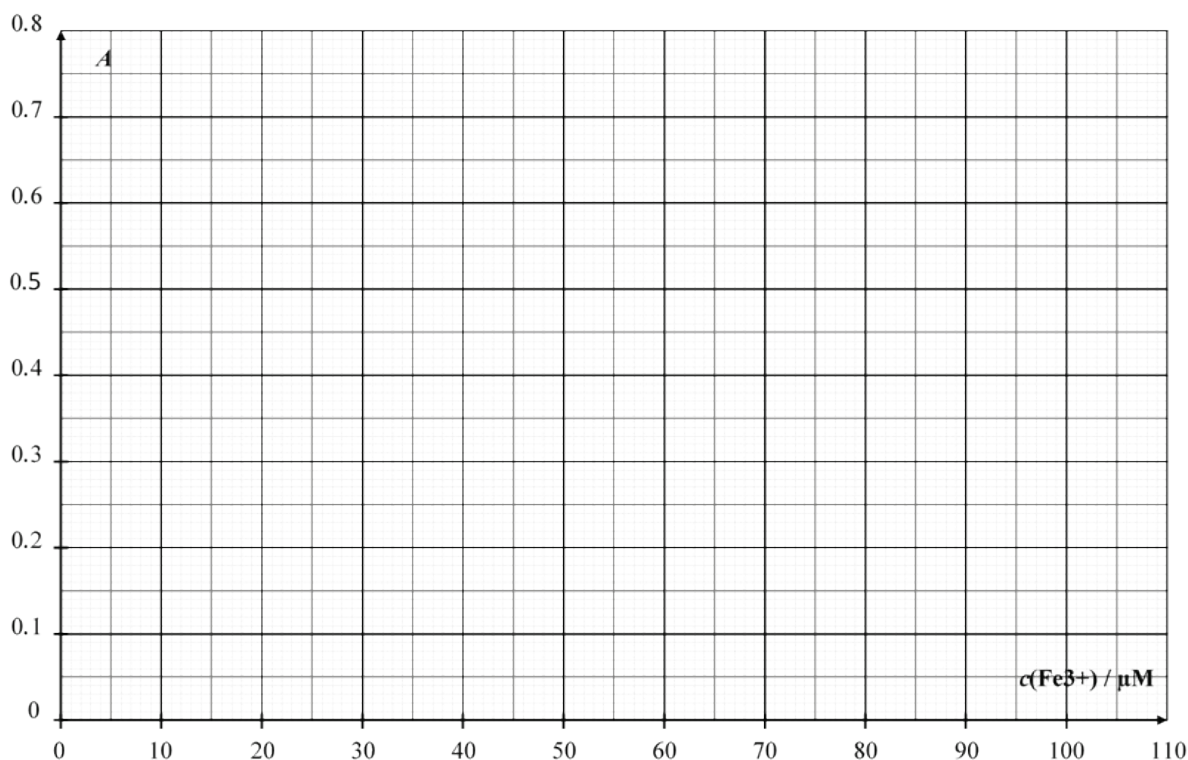
Kémcső száma #	1	2	3	4	5	6
0,000200 M vas(III)-oldat	1,0 ml	2,0 ml	4,0 ml	6,0 ml		
1 M perklórsav-oldat	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml	1,0 ml
Bor					10,0 ml	10,0 ml
Hidrogén-peroxid-oldat					0,5 ml	0,5 ml
Ioncserélt víz	9,5 ml	8,5 ml	6,5 ml	4,5 ml		1,0 ml

2. **Zárd** le a kémcsöveket, és **homogenizáld** tartalmukat!
3. **Adj** 1,0 ml 1 M kálium-tiocianát-oldatot az **1-5** kémcsőbe! A **6**-hoz **ne** adj! **Zárd le** és **homogenizáld** a kémcsöveket!
4. Ha az összes kémcső kész, **emeld fel** a HELP kártyát, hogy megkapd a kolorimétert a laboránsoktól!
5. **Állítsd be** a kolorimétert a leírás szerint (ld. **16.** oldal). **Állítsd a hullámhosszat** 470 nm-re. **Használd** ioncserélt vizet referenciának!
6. **Mérd** meg az **1-6** kémcsövekben előállított oldatok abszorbanciáját ezen a hullámhosszon! **Írd** az eredményeket az alábbi táblázatba! **Emeld fel** a HELP kártyát, hogy visszaadhasd a kolorimétert!

Kémcső száma #	1	2	3	4	5	6
Abszorbancia (470 nm-en)						
A Fe^{3+} koncentrációja a kémcsőben $c(\text{Fe}^{3+}) / \mu\text{M}$	16	32	64	96		
A használt műszer kódja						

Kérdések

1. **Ábrázold** az **1-4** csövek tartalmának A abszorbanciáját a Fe^{3+} koncentrációjuk függvényében!



- Ebben a táblázatban **jelöld** meg (X-szel) azokat az oldatokat, amelyeknek az eredményét a kalibrációs görbében felhasználtad!

Kémcső száma	1	2	3	4
Használd-e a kalibrációs görbében?				

2. A diagram és a kiválasztott adatok felhasználásával **rajzold be** a kalibrációs egyenest az előző ábrára, és **határozd meg** az **5** kémcsőben levő oldat Fe^{3+} koncentrációját ($\mu\text{mol dm}^{-3}$ egységben)!

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{TUBE 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol dm}^{-3}$$

Ha nem kaptál eredményt a $c(\text{Fe}^{3+})$ -ra, akkor a továbbiakban használj $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol dm}^{-3}$ -t!

3. **Számítsd ki** a vizsgált fehérbor tömegkoncentrációban (mg/liter) kifejezett vastartalmát! A térfogatokat tekintheted összeadhatónak.

$$c_{\text{m}}(\text{vas}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg dm}^{-3}$$

II. A komplex sztöchiometriájának meghatározása

Ebben a részben a 0,00200 M vas(III)-oldatra és a 0,00200 M kálium-tiocianát-oldatra lesz szükséged.

Eljárás

Az I. részben a vas(III)-tiocianát-komplex színét használtuk a vastartalom meghatározására. A II. rész célja, hogy a $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ komplex (a koordinált vizet nem tüntetjük fel) sztöchiometriáját vizsgálja. A komplexben az a és b 3-nál nem nagyobb egész számok.

A vizsgálathoz kapott oldatok:

- 0,00200 M vas(III)-oldat (megsavanyítva) (80 ml)
- 0,00200 M kálium-tiocianát-oldat (80 ml)

Kaptál kémcsöveket is (dugókkal, amit lemoshatsz és letörölhetsz), osztott pipettákat, küvettát, kolorimétert (kérésre), de használhatod az asztalodon levő más eszközöket is, ha akarod.

1. **Töltsd ki** a táblázat első három sorát olyan térfogatértékekkel, amelyekkel a komplex sztöchiometriáját meg tudod spektrofotometriai mérésekkel határozni. *Nem kell minden oszlopot kitöltened!* **Számítsd ki** a vas(III) alább definiált “móltörtjét” az egyes oldatokra!

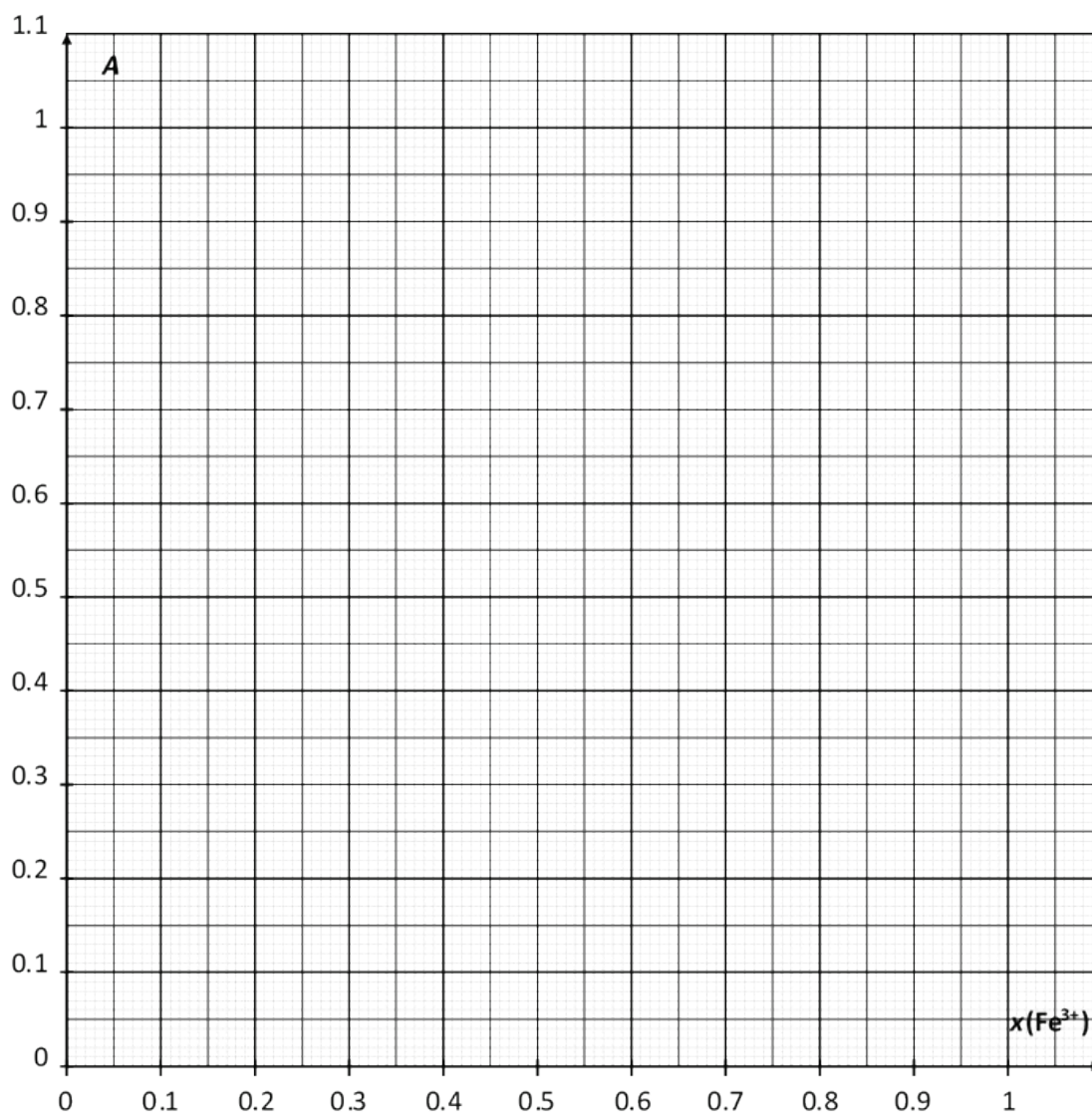
$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

Kémcső száma	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,00200 M vas(III)-oldat térfogata, $V_{\text{Fe(III)}} / \text{ml}$									
0,00200 M kálium-tiocianát-oldat térfogata, $V_{\text{SCN}^-} / \text{ml}$									
A vas(III) “móltörtje”, $x(\text{Fe}^{3+})$									
Abszorbancia (470 nm-en)									
A koloriméter kódja									

2. **Készítsd** el az oldatokat! Ha az összes kémcső kész, **emeld fel** a HELP kártyát, hogy megkapd a kolorimétert a laboránsoktól!
3. **Állítsd be** a kolorimétert a leírás szerint (ld. 16. oldal)! **Állítsd a hullámhosszat** 470 nm-re! **Használd** ioncserélt vizet referenciának!
4. **Mérd** meg a kémcsövek tartalmának abszorbanciáját ezen a hullámhosszon! **Írd** az eredményeket az előbbi táblázatba! **Tedd fel** a HELP kártyát, hogy visszaadhasd a kolorimétert!

Kérdések

4. **Ábrázold** a kémcsövek tartalmának A abszorbanciáját a vas(III) “móltört” függvényében!



5. A kísérleteid eredménye alapján **határozd meg** a $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ komplex sztöchiometriáját!

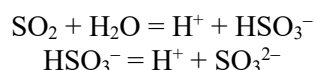
$a =$ _____

$b =$ _____

P3 feladat Az összes 13%-al	Kérdés	Titrlás I	Titrlás II	Titrlás III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Össz
	Max.	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Pont									

P3 feladat Bortartósítás

A kén-dioxidot (SO_2) borok tartósítására is használják. Amikor SO_2 -t adnak a borhoz, az a vízzel reakcióba lépve hidrogén-szulfid-ionná (HSO_3^-) és hidrogénionná (H^+) alakul. A hidrogén-szulfid (vagy másnéven biszulfid) a második proton elvesztésével szulfittá (SO_3^{2-}) is alakulhat.



A kén-dioxidnak ez a három alakja a vizes oldatban a borban különféle vegyületekkel reagálhat, ilyen pl. az acetaldehid, színyanyagok, cukrok stb., és közben belőle a P termékek keletkeznek. A kén-dioxid összkoncentrációja így a „szabad” részecskék (SO_2 , HSO_3^- és SO_3^{2-}) és P-k koncentrációjának összege.

A tartósítószer koncentrációját szabályozzák, mert a szulfidok és a kén-dioxid egyes emberekre ártalmas hatásúak. Az EU-ban a maximális kén-dioxid-tartalmat a vörösborokban 100 mg dm^{-3} -ban, a fehér és rozé borokban pedig 150 mg dm^{-3} -ben határozták meg.

A feladatod a kiadott fehérbor összes kén-dioxid-tartalmának meghatározása jodometriás titrlással.

Eljárás

I. A nátrium-tioszulfát-oldat standardizálása

- Kaptál kb. 100 mg tömegű tiszta kálium-jodátot (KIO_3). A pontos tömegét a fiola címkéjén olvashatod. **Jegyzezd le** az adatot az alábbi táblázatban!
- Ioncserélt vízzel az összes kálium-jodátból **készíts** 100 ml kálium-jodát-oldatot! Ezt az oldatot ettől kezdve **S**-nek hívjuk.
- Egy 100 ml-es Erlenmeyer lombikba **tegyél**:
 - pipettával 20 ml **S** oldatot;
 - 5 ml kálium-jodid-oldatot (0,5 M) egy 5 ml-es mérőhengerrel;
 - 10 ml kénsavoldatot (2,5 M) egy 10 ml-es mérőhengerrel!
- Lóbálva kevergesd** az Erlenmeyer lombik tartalmát, majd **zárd le** parafilmmel, és **tartsd** legalább öt percig a szekrényben!
- Egy főzőpohárból **töltsd fel** a bürettát a kiadott tioszulfát mérőoldattal! Állandó kevergetés közben **titrálj** az Erlenmeyer lombik tartalmát! Amikor a folyadék halványsárga, **adj** hozzá tíz csepp keményítőoldatot, és **folytasd a titrlást** amíg az oldat elszíntelenedik! **Jegyzezd le** a V_1 fogyást!
- Ismételd meg** az eljárást (3-5. lépés) ahányszor szükséges!

A kálium-jodát tömege (Jegyezd le a címkén feltüntetett tömeget!)	
A mérés sorszáma	V_1 / ml
1	
2	
3	
Az általad elfogadott fogyás V_1 / ml	

II. A jódoldat standardizálása

- Pipettával mérj 25 ml jódoldatot (I₂ a címkéjén) egy 100 ml-es Erlenmeyer lombikba!
- Titráld az Erlenmeyer-lombik tartalmát a nátrium-tioszulfát-oldattal! Amikor a folyadék halványsárga, adj hozzá tíz csepp keményítőoldatot, és folytasd a titrálást amíg az oldat elszíntelenedik! Jegyezd le a V_2 fogyást!
- Ismételd meg az eljárást (1-2. lépés) ahányszor szükséges!

A mérés sorszáma	V_2 / ml
1	
2	
3	
Az általad elfogadott fogyás V_2 / ml	

III. Az összes kén-dioxid meghatározása

1. Pipettával **mérj** 50 ml bort egy 250 ml-es Erlenmeyer lombikba!
2. **Adj** hozzá 12 ml nátrium-hidroxid-oldatot (1 M) egy 25 ml-es mérőhengerrel! **Zárd le** parafilmmel a lombikot, **keverd meg** a tartalmát, majd hagyd állni legalább 20 percig!
3. Eldobható műanyag Pasteur-pipettákkal **adj** hozzá 5 ml kénsavoldatot (2,5 M) és kb. 2 ml keményítőoldatot!
4. **Titráld** az Erlenmeyer lombik tartalmát a bürettát jóoldattal feltöltve! A végpontban sötét szín jelenik meg, és legalább 15 másodpercig tartósan megmarad. **Jegyezd le** a V_3 fogyást!
5. **Ismételd meg** az eljárást (1-4. lépés) ahányszor szükséges!

A mérés sorszáma	V_3 / ml
1	
2	
3	
Az általad elfogadott fogyás V_3 / ml	

Kérdések

1. **Írd fel** a nátrium-tioszulfát-oldat standardizálása közben lezajló összes reakció egyenletét!

2. **Számítsd ki** a nátrium-tioszulfát-oldat koncentrációját! A kálium-jodát moláris tömege: $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol dm}^{-3}$

*Ha nem tudtad meghatározni a $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ -t, a feladat további részében használd a következőt:
 $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0,0500 \text{ mol dm}^{-3}$!*

3. **Számítsd ki** a jódoldat koncentrációját!

$$c(\text{I}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol dm}^{-3}$$

*Ha nem tudtad meghatározni a $c(\text{I}_2)$ -t, a feladat további részében használd a következőt:
 $c(\text{I}_2) = 0,00700 \text{ mol dm}^{-3}$!*

4. **Írd fel** a jód (I_2) és a kén-dioxid (SO_2) között lejátszódó reakció egyenletét feltételezve, hogy a kén-dioxid szulfáttionná (SO_4^{2-}) oxidálódik.

5. **Számítsd ki** a borban a kén-dioxid összes tömegkoncentrációját mg dm^{-3} -ben! A kén-dioxid moláris tömege $M(\text{SO}_2) = 64,1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c_{\text{m}}(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg dm}^{-3}$$

BÜNTETÉSEK

Pótlás #	Diák aláírása	Lab supervisor signature
1 (büntetés nélkül)		
2		
3		
4		
5		