

DEBRECENI EGYETEM
Természettudományi és Technológiai Kar
KÉMIAI INTÉZET
Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

BEVEZETÉS A KÉMIÁBA GYAKORLAT

Oktatási segédanyag

Gyakorlatleírások

fizika BSc, földtudományi BSc és biológia tanár szakos
hallgatók számára

A gyakorlati leírások Dr. Várnagy Katalin: Általános kémiai gyakorlatok című oktatási segédanyaga alapján készültek.

2020.

BEVEZETÉS

Az egységek nemzetközi rendszere (Systeme Internationale d'Unites); az SI és a metrikus egységek kapcsolata

A kémikusok és fizikusok, szerte a világon elterjedten használják a méréseik végzése során a - ma már nem szabványos, de megtűrt - metrikus mértékrendszert, melyben a hosszúság, a tömeg és a térfogat alapegysége a *méter*, a *gramm* és a *liter*. Kisebb és nagyobb egységei az alapegységhez a 10 egész számú hatványaiként viszonyulnak. Ezeket különböző előtagokkal fejezzük ki. Az SI rendszer a metrikus rendszer modern és nemzetközileg is elfogadott változata, mely teljes logikai kapcsolatát jelenti az alaplmenyiségek alapegységeinek. Nagy előnye a rendszernek az, hogy ha egy mennyiséget (alap vagy származtatott) az SI alapegységében használtunk számításaink során, akkor a számítás bármely fázisában kapott mennyiséget az alapegységben kapjuk meg.

Az alábbi táblázatban a metrikus és az SI mértékrendszert foglaljuk össze.

Fizikai mennyiség	SI egység	Metrikus egység	Átváltás
Hosszúság	méter (m)	méter (m)	
Térfogat	köbméter (m ³)	liter (l vagy L)	1 l=10 ⁻³ m ³ =1 dm ³
Tömeg	kilogramm (kg)	gramm (g)	1 kg=10 ³ g
Nyomás	pascal (Pa)	atmoszféra (atm)	1 Pa=1 N/m ² 1 atm=101325 Pa
		torr (mmHg)	1 torr = 1,333·10 ² Pa
		bar	1 bar =10 ⁵ Pa
Hőmérséklet	kelvin (K)	Celsius fok (°C)	K = 273,15 + °C
Energia	joule (J)	kalória (cal)	1 cal=4,184 J

Értékes számjegyek

A tudományban alapvető fontosságú, hogy megadjuk a mért vagy számított adataink pontosságát. Ezt azzal is jelezzük, hogy hány értékes számjeggyel adjuk meg az adott mennyiséget. Értékes számjegynek nevezzük a szám valamennyi jegyét, a szám elején álló nullák kivételével. Azaz ha a számban tizedes vessző van, akkor számoljuk meg a számjegyeket balról jobbra haladva, az első, nullától eltérő számjeggyel kezdve (első számjegytől jobbra eső nullákat is).

Egy mennyiségben az értékes számjegyek számának magadásához legcélszerűbb a mennyiséget 10 hatványaként felírni (ún. normál alak). Az ilyen alakban felírt mennyiség számjegyei az értékes jegyek.

Például:

	Értékes (szám)jegy		Értékes (szám)jegy		Értékes (szám)jegy
40200	5	$4,0200 \cdot 10^4$	5	$4,02 \cdot 10^4$	3
5270	4	$5,270 \cdot 10^3$	4	$5,27 \cdot 10^3$	3
5027	4	$5,027 \cdot 10^3$	4	$5,03 \cdot 10^3$	3
0,320	3	0,0129	3	10,01	4

Szorzásnál, vagy osztásnál az eredményt csak annyi értékes jeggyel adjuk meg, mint ahányat a legkevésbé pontosan megadott mennyiség tartalmazott. Összeadásnál, kivonásnál az eredményt nem adhatjuk meg pontosabban, mint amilyen pontosságú (értékes jegyű) a legkevésbé pontos szám volt.

Pontosság: Helyesség (accuracy), és precizitás (precision)

A tudományos mérések hibával terheltek. A hiba eredhet a mérőműszer vagy a mérést végző személy korlátaiból. Rendkívül ritka az, amikor egy kísérleti eredményről kiderül, hogy az pontosan megegyezik az elméletileg várttal. Annak a mértékét, hogy egy kísérleti eredmény milyen közel van az elméletileg várthoz, **helyesség**nek nevezzük. Minél kisebb az eltérés a mért és az elméletileg várt érték között, a mérési eredmény annál helyesebb, a mérőeszköz annál pontosabb. Egyes eszközök pontosabbak, mint mások. Például 10 cm^3 folyadék kimérhető akár egy 10 cm^3 -es teli (egy vagy kétjelű) pipettával, akár egy mérőhengerrel. A pipetta mindig pontosabb, vele a mérés mindig **helyesebb** eredményt szolgáltat.

Az elméletileg várt értékeket azonban csak akkor ismerjük, ha valamilyen standard, etalon áll rendelkezünkre, a legtöbb mérés esetén azonban az elméletileg várt értéket nem ismerjük. Ezért új mérőeszközök használatba vétele előtt mindig meg kell győződni valamilyen standard segítségével, hogy az adott mérőeszköz megfelelő helyességű-e, és utána már az elméleti érték ismerete nélkül is megbízhatunk a mérőeszközben.

Mivel a mérési hibák elkerülhetetlenek, a kísérletező mindig több párhuzamos mérést végez és átlagolja az eredményeket. Ez az átlagérték pontosabb, mint az egyedi értékek. Ha egy mérés jó, akkor az egyes eredmények közel esnek egymáshoz. Annak a mértéke, hogy a mérési adatok milyen közel esnek egymáshoz a **precizitás**. A precizitás jellemezhető az **átlagos eltéréssel**. Ehhez, először számítsuk ki az átlagértéket (\bar{x}), majd adjuk össze az egyes eredmények eltéréseit az átlagértéktől (abszolútértékben) ($\sum |x_i - \bar{x}| = \sum \delta_i$), végül osszuk el a meghatározások számával ($\bar{\delta} = \frac{\sum \delta_i}{n}$).

Például:

Egy 5 cm³-es pipetta kalibrálására a következő eredmények adódtak: 5,041 cm³, 5,033 cm³, 5,019 cm³, 5,021 cm³, illetve 5,025 cm³. Mennyi az átlagos eltérés ($\bar{\delta}$)?

	mérési eredmények:	eltérés: $ x_i - \bar{x} $
x_1	5,041	0,013
x_2	5,033	0,005
x_3	5,019	0,009
x_4	5,021	0,007
x_5	5,025	0,003

átlag: $\bar{x} = 5,028$

átlagos eltérés: $\bar{\delta} = 0,007$

A pipetta térfogata a következő módon adható meg: $5,028 \pm 0,007 \text{ cm}^3$ vagy $5,028(7) \text{ cm}^3$.

Interpoláció, extrapoláció

Ha két változó egymással lineáris kapcsolatban áll ($f(x) = a \cdot x + b$), akkor (abban a tartományban, ahol a lineáris kapcsolat fennáll) bármely változó értékéhez tartozó függvényérték, illetve bármely függvényértékhez tartozó változó kiszámítható két adatpár ($x_1, f(x_1); x_2, f(x_2)$) ismeretében. Ha a keresett érték a két adatpár közötti tartományban van, **interpolációról**, ha a tartományon kívül van, **extrapolációról** beszélünk.

A meghatározás azon alapszik, hogy $\frac{x_1 - x_2}{f(x_1) - f(x_2)} = \text{állandó}$ minden $x, f(x)$ adatpár esetén. Így

ha $x_1, f(x_1)$ és $x_2, f(x_2)$ adatpárok ismertek, akkor adott x értékhez tartozó $f(x)$ (vagy adott $f(x)$ értékhez

tartozó x) értéke az
$$\frac{x_1 - x_2}{f(x_1) - f(x_2)} = \frac{x - x_1}{f(x) - f(x_1)}$$
;

$$\frac{x_1 - x_2}{f(x_1) - f(x_2)} = \frac{x - x_2}{f(x) - f(x_2)}$$
 egyenletek egyikéből meghatározható.

Például:

Pl. Sűrűségmérést végzünk 20,3 °C-on, és a számításhoz szükségünk van a víz sűrűségének értékére.

Táblázatból ismert, hogy 20 °C-on a víz sűrűsége: 0,99823 g/cm³

21 °C-on a víz sűrűsége: 0,99802 g/cm³

Feltételezve, hogy ilyen szűk hőmérséklettartományban a víz sűrűsége lineárisan változik a hőmérséklettel, 20,3 °C-hoz tartozó sűrűségérték kiszámítható pl. a következő módon:

a $t_2 - t_1 = 1 \text{ °C}$, $\rho_2 - \rho_1 = -0,00021 \text{ g/cm}^3$; $t - t_1 = 0,3 \text{ °C}$, $\rho - \rho_1 = \rho - 0,99823 \text{ g/cm}^3$ adatok

behelyettesítésével a következő egyenlethez jutunk: $\frac{-0,00021}{1} = \frac{\rho - 0,99823}{0,3}$, amelyet megoldva a

kívánt sűrűségértéket kapjuk: **20,3 °C-on a víz sűrűsége: $\rho = 0,99817 \text{ g/cm}^3$**

1. GYAKORLAT

BEVEZETÉS A LABORATÓRIUMI MUNKÁBA BALESETVÉDELEM, LABORATÓRIUMI ESZKÖZÖK, MELEGÍTÉS ÉS HŰTÉS, BUNSEN-ÉGŐ, VÍZFÜRDŐ HASZNÁLATA

Cél

A laboratóriumi munkarend és munkavédelmi szabályok áttekintése. A legfontosabb laboratóriumi eszközök megismerése

Bevezetés: A laboratóriumi biztonság

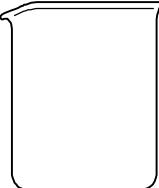
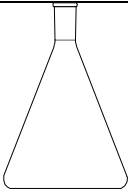
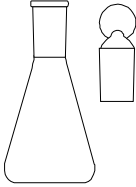
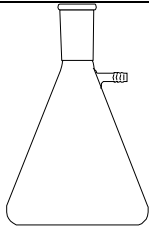
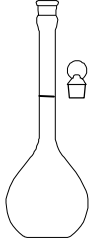
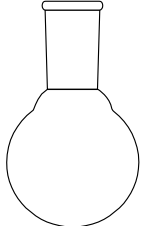

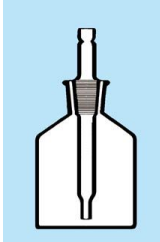
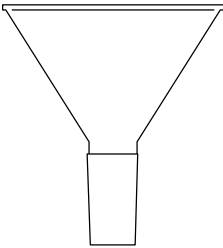
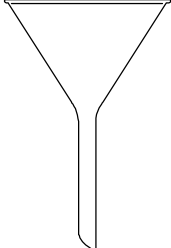
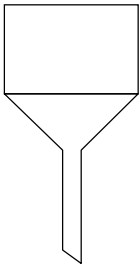
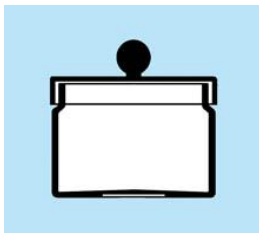
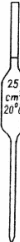
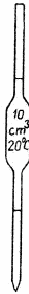
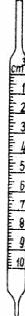

Az első gyakorlaton a hallgatók balesetvédelmi oktatásban részesülnek, ahol megismerik a biztonságos és balesetmentes munkavégzés feltételeit és módját. Ne feledje azonban, hogy ez önmagában még nem elegendő a laboratóriumi biztonsághoz. Mindig a munkát végző kötelessége és felelőssége, hogy biztonságosan, a saját és társai épségét nem veszélyeztetve dolgozzon!


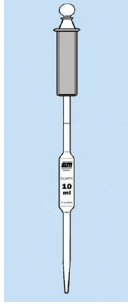


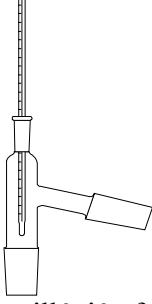
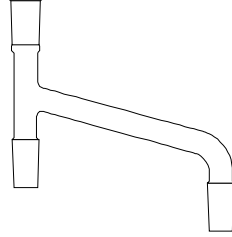
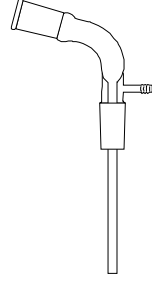

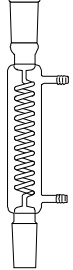
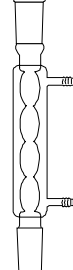


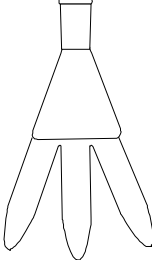
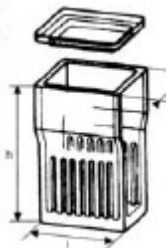



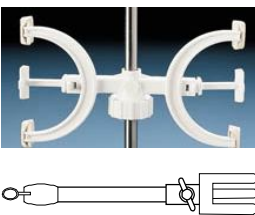


Gyakorlat előtti felkészülés




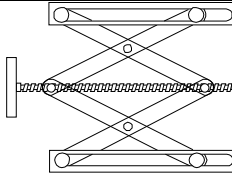



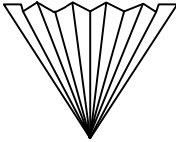



Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezetei:

- 1. Laboratóriumi munka általános szabályai**
- 2. Laboratóriumi munkavédelmi és tűzrendészeti szabályok**
- 3. Az alapvető laboratóriumi eszközök, felszerelések és használatuk**
- 9. A laboratóriumi hűtés**

A gyakorlatok során alkalmazott legfontosabb eszközök

 <p>Főzőpohár</p>	 <p>Erlenmeyer-lombik</p>	 <p>Jódszámlombik</p>	 <p>Szívató palack</p>
 <p>Mérőlombik</p>	 <p>Gömbloblik</p>	 <p>Mérőhenger</p>	 <p>Indikátoros-üveg cseppentővel</p>
 <p>Portölcsér</p>	 <p>Folyadéktölcsér</p>	 <p>Büchner-tölcsér</p>	 <p>Bemérőedény</p>
 <p>Egyjelű hasas pipetta</p>	 <p>Kétjelű hasas pipetta</p>	 <p>Osztott pipetta</p>	 <p>Dugattyús pipetta</p>

 <p>Méregpipetta</p>	 <p>Dugattyús méregpipetta</p>	 <p>Büretta</p>	 <p>Oldalsapos büretta</p>
 <p>Desztillációs feltét hőmérővel</p>	 <p>Desztilláció feltét</p>	 <p>Vákuum csomk</p>	 <p>Liebig-hűtő</p>
 <p>Spirálhűtő</p>	 <p>Golyós hűtő</p>	 <p>Kristályosítótál</p>	 <p>Elválasztó tölcser</p>
 <p>Szedő tőgy</p>	 <p>Futtatókád</p>	 <p>Petricsésze</p>	 <p>Üvegkapilláris</p>
 <p>Bunsen-állvány</p>	 <p>Bürettafogó</p>	 <p>Lombik fogó</p>	 <p>Szűrőkarika</p>

 <p>Kettősdió</p>	 <p>Laboratóriumi Csipesz</p>	 <p>Vegyszeres kanál és spatula</p>	 <p>Emelő asztal</p>
 <p>Fűtőkosár</p>	 <p>Mágneses keverő</p>	 <p>Rezsó</p>	 <p>Redős szűrőpapír</p>
 <p>Vízugárszivattyú</p>	 <p>Spritz flaska</p>	 <p>Pumpett (pipettázó labda)</p>	

2. GYAKORLAT

TÖMEGMÉRÉS TÁRA- ÉS ANALITIKAI MÉRLEGEN TÉRFOGATMÉRÉS, TÉRFOGATMÉRŐ ESZKÖZÖK

Cél

A használatos tömeg- és térfogategységek átisméltése. Megismerkedés a laboratóriumi tömeg- és térfogatmérő eszközökkel. A metrikus és az SI mértékrendszer ismételése. Az értékes jegy fogalma és alkalmazása a mérési eredmények megadásában. A helyesség és a precizitás jelentése.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezetei:

4. A tömegmérés és a mérlegek
5. Térfogatmérés és térfogatmérő eszközök

Tömegmérés tára- és analitikai mérlegen

Gyakorlat

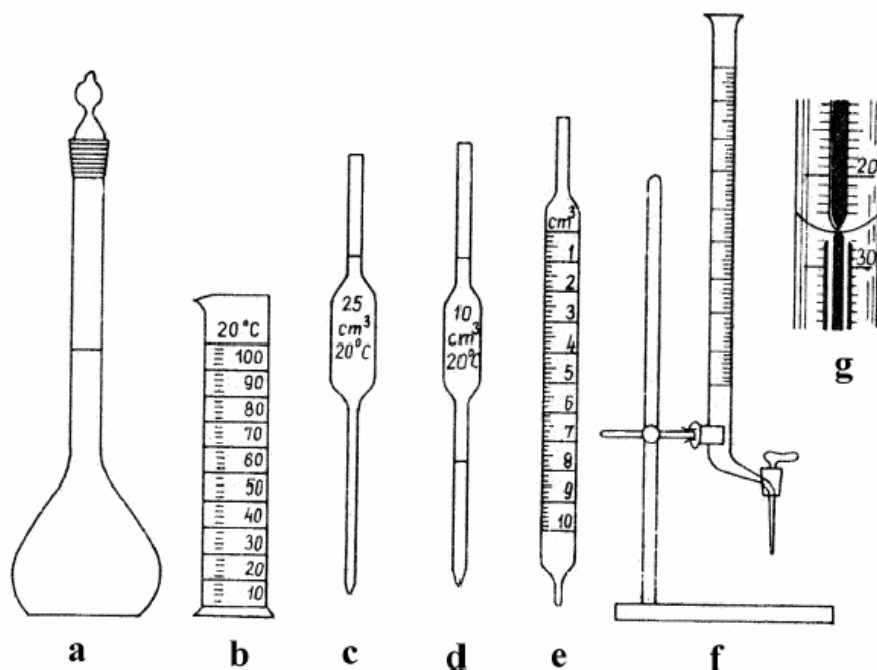
Egy előkészített számozott tárgyat válasszon ki és mérje meg a tömegét táramérlegen. **Tanulja meg a mérleg pontos és helyes kezelését, és értse meg a tárazás lényegét!** A jegyzőkönyvébe jegyezze fel a tárgy tömegét!

Mérje meg ugyanezen tárgy tömegét analitikai mérlegen is. **Tanulja meg a mérleg pontos és helyes kezelését, és értse meg a tárazás lényegét!** A jegyzőkönyvébe jegyezze fel a tárgy tömegét!

Térfogatmérés, térfogatmérő eszközök

Gyakorlat

A gyakorlatvezetők bemutatják a legfontosabb térfogatmérő eszközöket és azok pontos használatát. Gyakorolja a pipetta használatát és desztillált vízzel töltsen fel a mérőlombikot!



5. ábra – Térfogatmérő eszközök
 a) mérőlombik b) mérőhenger c) egyjelű pipetta d) kétjelű pipetta e)
 osztott pipetta f) büretta g) Schellbach-csíkos büretta

Pipetta kalibrálása

Gyakorlat

A mérőeszközök névleges térfogatát a mérőeszközbe tölthető (mérőlombik), illetve a belőle kifolyatható (pipetta, büretta) víz tömegének mérésével ellenőrizzük. A térfogat ellenőrzéséhez kiforralt és lehűtött desztillált vizet használunk, amelyet a mérlegházban helyezünk el a kalibrálni kívánt térfogatmérő eszközzel, valamint egy bemérőedénnyel együtt, s addig várunk, míg azok fel nem veszik a szoba hőmérsékletét. A mérés megkezdése előtt ellenőrizzük, hogy a víz és a levegő hőmérséklete $\pm 0,5$ °C-on belül megegyezik-e.

Analitikai mérlegen megmérjük az üres, száraz bemérő edény (a csiszolatos tetejével együtt) tömegét. Az előkészített víz hőmérsékletét leolvassuk 0,1 °C-os pontossággal, és megtöltjük vele a pipettát, jelre állítjuk. A bemérőedénybe engedjük a vizet, az edényt lezárjuk a tetejével és újból meghatározzuk a tömegét.

A víz tömegéből, valamint az adott hőmérséklethez tartozó sűrűség adatból (Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi munkába) a kimért víz térfogata meghatározható. Ha szükséges, a pontos sűrűség adatot interpolálással határozza meg (Bevezetés)!

A pipetta kalibrálása esetén a mérést kétszer ismételve meg! Ezt egyszerűen megtehetjük úgy, hogy a vizet már tartalmazó, megmért tömegű bemérőedénybe újabb, az előzővel azonos mennyiségű, ismert hőmérsékletű vizet engedünk, és újból lemérjük az edény tömegét.

Határozza meg a mért és a névleges térfogat közötti különbséget!

3. GYAKORLAT

OLDATKÉSZÍTÉS ÉS SŰRŰSÉGMÉRÉS

Cél

A legfontosabb koncentrációegységek ismerete, felhasználása adott koncentrációjú oldat készítéséhez szükséges szilárd anyag tömegének kiszámításához, és az oldatkészítés lépéseinek elsajátítása a gyakorlatban.

Megismerkedés a laboratóriumban használatos sűrűségmérő eszközökkel. Az elkészített oldat sűrűségének meghatározása piknométerrel, és ebből a tömegszázalékos összetételének meghatározása.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezetei:

5. Térfogatmérés és térfogatmérő eszközök

6. A sűrűség és mérése

Adott koncentrációjú sóoldat készítése kristályvizet tartalmazó sóból kiindulva

Oldat: oldószerből (diszpergáló közeg) és egy vagy több oldott anyagból (diszpergált anyag) áll.

Elegy: két vagy több egymással korlátlanul összekeverhető folyadék.

Az oldat jellemezhető: az összetétellel, amely az oldott anyag és az oldat arányát fejezi ki. Az oldószer mennyisége az oldott anyag mennyiségéhez viszonyítva rendszerint nagyobb. Az eredetileg fizikailag is inhomogén rendszerből általában az oldószer hatására keletkezik fizikailag homogén rendszer.

Oldás: az a folyamat, amelynek során az oldószer hatására kémiaileg különböző komponensekből fizikailag homogén rendszer, oldat keletkezik. Az oldás lehet fizikai vagy kémiai folyamat.

Fizikai oldás: az oldás következtében az oldott anyag nem szenved kémiai változást, vagyis az oldott anyag az oldószer elpárologtatása után változás nélkül visszanyerhető az oldatból. Nagyszámú szervesetlen vegyület fizikai oldására alkalmas a víz.

Kémiai oldás: az oldandó anyag és az oldószer között kémiai reakció játszódik le az oldási folyamat alatt. Ilyenkor az eredeti oldandó anyag nem nyerhető vissza kémiai beavatkozás nélkül az oldatból. Vízen vagy más oldószerben fizikailag oldhatatlan szervesetlen vegyületek, valamint fémek, különböző savak, lúgok vagy egyéb vegyszerek hatására vízben, ill. más oldószerben fizikailag oldható vegyületté alakulnak, vagyis kémiaileg oldódnak. *A kémiai oldódást mindig fizikai oldásnak kell követnie, hogy végeredményben tiszta oldatot kaphassunk.*

Gyakorlat

A gyakorlatvezetők bemutatják az oldatkészítést és a sűrűségmérést.

Számolja ki a gyakorlatvezető által megadott koncentrációjú sóoldat készítéséhez szükséges szilárd anyag tömegét, és az oldatkészítés bemutatott lépéseinek megfelelően készítse el az oldatot!

A készített oldat sűrűségének meghatározása mérőlombikkal

1. A mérőlombik térfogatának a meghatározása (valójában kalibrálás)

- A mérőlombiknak csiszolatos dugóval együtt analitikai mérlegen lemérjük a tömegét (m_1). A szobahőmérsékletet jegyezzük fel.
- A mérőlombikot jellegesen megtöltjük kiforralt desztillált vízzel, és száraz ruhával, szűrőpapír csíkkal kívülről szárazra töröljük, a víz hőmérsékletét megmérjük és feljegyezzük.
- A vízzel megtöltött mérőlombik tömegét lemérjük (m_2).
- A mérőlombik térfogata a víz sűrűségének a mérés hőmérsékletére vonatkozó értékének (ρ_v) ismeretében kiszámítható (a ρ_v értékét táblázatból keressük ki):

$$\text{a mérőlombik térfogata} = (m_2 - m_1) / \rho_v$$

2. A mérőlombikba töltött oldat tömegének meghatározása

A víztől nedves mérőlombikot háromszor kiöblítjük a meghatározandó oldattal, majd az megtöltjük ezzel az oldattal, pontosan jelre állítva, kívülről szárazra töröljük és lemérjük a tömegét (m_3).

$$\text{az oldat tömege} = m_3 - m_1$$

3. A keresett sűrűség meghatározása

A tömeg és a térfogat hányadosa megadja a sűrűséget:

$$\rho = (m_3 - m_1) \cdot \rho_v / (m_2 - m_1)$$

A készített oldat sűrűségének meghatározása piknométerrel

1. A piknométer térfogatának a meghatározása

- Kiválasztunk egy piknométert, majd teljesen száraz állapotban, minden tartozékával együtt analitikai mérlegen lemérjük a tömegét (m_1). Ha hőmérős piknométerrel dolgozunk, úgy az azon leolvasható hőmérsékletet, más esetben a szobahőmérsékletet jegyezzük fel.
- A piknométert a mérlegről levéve buborékmentesen színültig megtöltjük kiforralt desztillált vízzel és csap fölött behelyezzük a kapilláris csiszolatot, illetve csiszolatos hőmérőt, ami a felesleges vizet kiszorítja. Így a kapillárisban ellátott piknométereknél a folyadékszint a kapillárisban a jel fölött lesz. A piknométert megtöltés után száraz ruhával, szűrőpapír csíkkal kívülről töröljük szárazra. Szűrőpapír csíkkal a hőmérő, illetve a kapilláris csiszolat széléről is gondosan itassuk fel a nedvességet.
- A csak hőmérővel ellátott piknométert újból a mérlegre helyezhetjük, míg a kapillárisban rendelkező eszközöknél előbb a kapillárisból a jelig kiszívjuk a folyadékot. (A kiszíváshoz vékony szűrőpapír csíkot használhatunk, amelyet legcélszerűbben úgy készítünk, hogy egy nagyobb szűrőpapír csíkot behajtunk, majd a hajítás mellett vékony szeletet vágunk le.) A piknométerek feltöltésénél, törölgetésénél és a folyadékszint jelre állításánál ügyeljünk arra, hogy ne kezünkben tartsuk a piknométert, hanem helyezzük le az asztalra, mert a kezünk melegétől az felmelegedhet!
- A vízzel megtöltött piknométer tömegét lemérjük (m_2), a hőmérő állását feljegyezzük. (Hőmérő nélküli piknométernél a víz hőmérsékletét külön megmérjük.) A nyitott kapillárisban végződő piknométert illékony folyadékkal nehezen tudjuk lemérni, mert párolgás következtében a tömeg állandóan csökken. (Ez a probléma víznél, vizes oldatoknál is megfigyelhető.) Ilyen piknométernél úgy járunk el, hogy kevéssel a jel fölé állítjuk a folyadékszintet, és akkor olvassuk le a mérleg állását, amikor a meniszkusz elérte a jelet.
- A piknométer térfogata a víz sűrűségének a mérés hőmérsékletére vonatkozó értékének (ρ_v) ismeretében kiszámítható (a ρ_v értékét táblázatból keressük ki):

$$\text{a piknométer térfogata} = (m_2 - m_1) / \rho_v$$

2. A piknométert kitöltő oldat tömegének meghatározása

A víztől nedves piknométert háromszor kiöblítjük a meghatározandó oldattal, majd az előbbieken leírt módon megtöltjük ezzel az oldattal, szárazra töröljük és lemérjük a tömegét (m_3).

$$\text{az oldat tömege} = m_3 - m_1$$

3. A keresett sűrűség meghatározása

A tömeg és a térfogat hányadosa megadja a sűrűséget:

$$\rho = (m_3 - m_1) \cdot \rho_v / (m_2 - m_1)$$

4. GYAKORLAT

DEKANTÁLÁS, CENTRIFUGÁLÁS, SZŰRÉS SZILÁRD ANYAGOK TISZTÍTÁSA, ÁTKRISTÁLYOSÍTÁS FOLYADÉK-FOLYADÉK-EXTRAKCIÓ

Dekantálás, centrifugálás, szűrés

Cél

Leggyakoribb laboratóriumi elválasztási műveletekkel való ismerkedés.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezete:

3.2.1.2. A szűrésnél használt eszközök

Gyakorlat

A gyakorlatvezetők bemutatják a különböző szűrőberendezéseket és azok alkalmazását.

Szilárd anyagok tisztítása, átkristályosítás

Cél

Kétkomponensű szilárd anyagkeverékek szétválasztása.

Az átkristályosítás négy fontosabb fázisból tevődik össze:

- alkalmas oldószer kiválasztása,
- feloldás (derítés), oldhatatlan szennyezések eltávolítása szűréssel,
- túltelítés elérése (hűtés vagy melegítés), a gócképződés elősegítése,
- kristályok elválasztása, mosása, szárítása.

Az **átkristályosítás** a szilárd szerves vegyületek legfontosabb tisztítási módszere. Az átkristályosítás a szerves anyag emelt hőmérsékleten történő feloldásából és hűtés hatására bekövetkező kikristályosításából áll. Mivel az oldószer általában nagyobb mennyiségű szerves anyagot képesek feloldani melegen, mint hidegen, a tisztítandó anyagot meleg oldószerben oldjuk úgy, hogy lehetőleg telített oldatot kapjunk. Lehűtés után az oldószer már csak kevesebb anyagot képes oldatban tartani, ezért a szerves anyag egy része ismét kiválik kristályos formában.

Az **átkristályosítást** általában olyan esetekben **alkalmazzuk**, amikor a szennyező anyagok csak kis mennyiségben vannak jelen. Ezért, amikor előállítjuk a fő komponensre nézve telített oldatot, a szennyezések koncentrációja az oldatban általában még lényegesen kisebb, mint a nekik megfelelő telítési koncentráció lenne. Az oldat lehűtésével a fő komponens koncentrációja hamarosan eléri a

telítési értéket, és megindul a kristályok kiválása. Ugyanakkor a szennyezések koncentrációja többnyire még hidegen is kisebb, mint a telítési érték, így azok az oldatban maradnak. A kivált szilárd anyag tehát kedvező esetben gyakorlatilag szennyeződésektől mentes lesz.

Az **alkalmas oldószer kiválasztásának** legfontosabb szempontja az, hogy az oldószer az átkristályosítandó vegyületet melegen jól oldja, a hőmérséklet csökkenésével viszont az oldhatóság minél gyorsabban csökkenjen. Nagyon lényeges az is, hogy az átkristályosítandó anyaggal ne lépjen kémiai reakcióba az oldószer.

Átkristályosítás vízből:

Az átkristályosítás speciális esete, amikor víz az oldószer. Ilyenkor az átkristályosítást Erlenmeyer-lombikban is végezhetjük, mert a víz nem tűzveszélyes oldószer, és a gőze sem mérgező.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezete:

7. Szilárd anyagok tisztítása átkristályosítással

Gyakorlat

Szennyezett $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ vagy KNO_3 só tisztítása átkristályosítással

A konkrét feladat egy mechanikai szennyeződést tartalmazó só, a $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ vagy KNO_3 tisztítása átkristályosítással. A tisztítás során figyeljük meg, hogy vízben nem, vagy rosszul és jól oldódó szennyezések egyaránt jelen vannak-e a tisztítandó sóban.

A megfelelően választott méretű főzőpohárba mérjük be táramérleggen 15 g körüli, de pontosan ismert tömegű szennyezett $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -ot vagy KNO_3 -ot és adjuk hozzá kb. 20 cm³ desztillált vizet. Az így kapott heterogén rendszert melegítsük (melegítőlapon vagy *Bunsen*-égő és dróthálósegítségével) kb. 70-80 °C-ra, de ne forraljuk. A meleg oldatot redős szűrőpapíron szűrjük át vagy közvetlenül kristályosítótálba. A szűrletet hagyjuk lassan kihűlni. Ha sok kristály válna ki a gyakorlat végéig, ezt *Büchner*-tölcsérrel szűrjük (vákuumszűrés). Ha a lehűlés után (a gyakorlat végéig) nincs megfelelő mennyiségű kristálykiválás, megpróbálkozhatunk a telített oldat beoltásával vagy hűtésével is. Ha ennek ellenére nem indul meg a kristálykiválás, akkor tegyük el az oldatot a következő gyakorlatig a gyakorlatvezető útmutatása szerint. A következő gyakorlaton vízfürdön is töményíthetjük az oldatunkat, ha ez szükséges lenne! Ebben az esetben az oldat lehűlését követően szűrjük a kivált kristályokat. A jól leszívott kristályokat igen kevés, jeges desztillált vízzel öblítsük le, majd tegyük óraüvegre, és hagyjuk, hogy szobahőmérsékleten megszáradjon. A száraz terméket mérjük le, és számítsuk ki, hogy az eredeti mennyiségnek hány százalékát sikerült tisztán visszanyernünk (kitermelés(i) százalék)! A beadás történjen papírcsónakon amelynek a következő adatokat kell tartalmaznia: vegyület neve, a vegyület képlete, tömege és a kitermelési százalék valamint a hallgató neve!

Folyadék-folyadék extrakció

Cél

A keverék szétválasztása során alkalmazható a folyadék-folyadék extrakció szerves vegyületek elválasztására. A preparatív munka során ugyanakkor a vegyületek tisztaságának ellenőrzése egyrészt vékonyrétegekromatográfia alkalmazásával, másrészt a kinyert preparátumok olvadáspontjának meghatározásával történik, ezáltal lehetőség van a szerves preparatív kémiai munka újabb alapvető műveleteinek a megismerésére.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezete:

8. Anyagmegoszlás két egymással nem elegyedő oldószer között, az extrakció művelete

Gyakorlat

Mérőhengerrel mérjük az elválasztótölcsérbe 15 cm^3 jódos vizet, majd 5 cm^3 kloroformot. Rázzuk össze néhányszor az elegyet, közben fellevegőztetve a tölcsért, hogy a nyomást kiegyenlítsük. Szűrőkarikába visszatéve a tölcsért, hagyjuk állni az elegyet, míg a két fázis szét nem válik. Gyorsíthatjuk a fázisok szétválását úgy, hogy a tölcsért a függőleges tengely körüli óvatosan körkörös mozgást végzünk. Ha elvált a két fázis, a csiszolatos dugó eltávolítása után a tölcsér csapjának elfordításával engedjük le az alsó – szerves oldószer – fázist. Ismételjük meg a műveleteket újabb $5\text{-}5\text{ cm}^3$ kloroform hozzáadásával. A szerves fázist engedjük az előző lépésben kapott kloroformos oldathoz.

5. GYAKORLAT

1. SAV-BÁZIS TITRÁLÁS

Cél

Egy erős bázis adott koncentrációjú oldatának készítése tömény oldatból és pontos koncentrációjának meghatározása titrálással. Sav-bázis titrálás alkalmazási lehetőségeinek megismerése sztöchiometriai feladat megoldására.

Gyakorlat előtti felkészülés

Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag ide vonatkozó fejezete:

5.2.3. A büretta és a titrálás

Adott koncentrációjú nátrium-hidroxid oldat készítése és hígítása

Gyakorlat

Készítsünk $100,0 \text{ cm}^3$ $0,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú lúgoldatot, a rendelkezésre álló tömény (50 tömeg%-os, $\rho = 1,53 \text{ g/cm}^3$) lúgoldatból hígítással. **A tömény lúgoldat koncentrációja és sűrűsége alapján számítsuk ki az oldat készítéséhez szükséges lúg mennyiségét cm^3 -ben!**

Egy főzőpohárba tegyünk kb. 50 cm^3 desztillált vizet, majd kis műanyag mérőhenger segítségével mérjük be a szükséges lúgmennyiséget. **(Tömény lúgok szájjal történő pipettázása tilos!)** **Ügyeljünk, hogy a kimérés alatt ne cseppenjen el tömény lúg.** Összekeverés után műanyag desztillált vizes edény segítségével egészítsük ki 100 cm^3 -re az oldat térfogatát. (Főzőpohárban készítve az oldatot, annak térfogata nem feltétlenül lesz pontosan 100 cm^3 , de a pontos koncentráció meghatározásához mindenképpen szükség van titrálásra). Az elkészített oldatot üvegbot segítségével alaposan keverjük össze, hogy homogenizálódjon.

Ebből a készített lúgoldatból készítsünk egy tízszeres hígítású oldatot: $10,0 \text{ cm}^3$ lúgoldatot pipettával mérjük bele a 100 cm^3 -es mérőlombikba, és töltsük felig a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot!

A készített nátrium-hidroxid oldat koncentrációjának meghatározása

Gyakorlat

3 titráló lombikba 10 cm³-es hasas pipettával mérjük be 10,00-10,00 cm³-t a kiadott, ismert koncentrációjú sósavoldatból (**a pontos koncentrációját jegyezzük fel!**), hígítsuk desztillált vízzel 30-40 cm³-re és adjunk hozzá két-három csepp metilvörös indikátort. A bürettába a készített lúgoldatot töltjük. Az első mintához a bürettából állandó rázogatózás közben kb. az átcsapási színig adjunk a mérőoldatot. Így megállapíthatjuk a fogyás közelítő értékét (V'). A másik két titrálást pontosan végezzük el úgy, hogy $V = V' - 0,5 \text{ cm}^3$ -ig gyorsan engedjük a mérőoldatot a titrálandó oldathoz, majd lassan (cseppenként) adagoljuk tovább a titráló oldatot (a végén esetleg törcseppet adagolva) az átcsapási szín eléréséig.

A két fogyás átlagával számolva (a közelítő mérést ne vegye figyelembe!) határozzuk meg a lúgoldat pontos koncentrációját!

2. SÓOLDATOK KÉMHATÁSÁNAK VIZSGÁLATA

Cél

Különböző vegyületek viselkedésének vizsgálata vizes oldatban illetve vízzel való kölcsönhatás során, a pH megállapítása.

Gyakorlat előtti felkészülés

A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át eddigi középiskolai tanulmányai és a Bevezetés a kémiába előadás alapján a következőket:

- a pH és indikátor fogalma

Gyakorlat

Készítsünk egy-egy kémcsőben oldatot az alábbi vegyületek egy-két kristályából és kb. 2 cm³ vízből: *nátrium-klorid*, *ammónium-klorid*, *nátrium-karbonát*. Egy külön kémcsőbe tegyünk kb. 2 cm³ desztillált vizet. Az oldatokból illetve a desztillált vízből szivornyával egy-egy cseppet cseppentsünk egy-egy kis darab univerzál indikátorpapírra és vizsgáljuk meg az oldat pH-ját az indikátorpapírhoz tartozó pH-skála segítségével.