

DEBRECENI EGYETEM
TERMÉSZETTUDOMÁNYI KAR
Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

Várnagy Katalin

Általános kémiai gyakorlatok
Kémia, Vegyészmérnök, Biomérnök,
Környezettan BSc, Kémia tanár és
Gyógyszerész hallgatók számára
Oktatási segédanyag

**A munkafüzet Kiss Tamás, Várnagy Katalin: Általános kémiai
munkafüzet (1997) átdolgozott kiadása**

DEBRECEN, 2020

Előszó

Ez az oktatási segédanyag a **Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba**, illetve **Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum**-mal együtt az általános és szerves kémia gyakorlatára való felkészülés és munkavégzés megkönnyítését szolgálja. Ezen segédanyag egyben munkafüzet is, segíteni kívánja, hogy a hallgatók a jó laboratóriumi jegyzőkönyv készítésének módját elsajátítsák. Sok éves tapasztalatunk az, hogy hallgatóinknak ez nagy nehézséget jelent, vagy nagyon szószátyár vagy éppen igen szűkszavú a jegyzőkönyvük. A végzett gyakorlattal kapcsolatos szükséges és lényegi információk rögzítése csak a legritkábban sikerül. Gyakran a hallgatók saját kárukon csak diploma- vagy szakdolgozati munkájuk végzése során tanulják meg, hogy egy-egy tény, tapasztalat, vagy adat nem rögzítése, mely abban a pillanatban olyannyira triviálisnak tűnt, hetek múlva a feledés homályába merül, és pótolhatatlan információvesztéssel jelent, ami esetenként napok, rosszabb esetben hetek munkájának hiábavalóságát eredményezheti.

A kémiai elvek, eszközök és technikák, mind-mind a laboratóriumokban születtek. Egy kémiai jelenség megfigyelése, majd a tapasztaltak értelmezése nem érhető el könyvek olvasásával vagy előadások hallgatásával. A laboratórium az, ahol a kémia életre kel, ahol a kémiai elvek megtanulhatók és széleskörűen alkalmazhatók mindennapjainkban is.

Ezen laboratóriumi gyakorlat célja, hogy a laboratóriumban először munkát végző hallgatókkal az alapvető laboratóriumi műveleteket, továbbá a legegyszerűbb általános kémiai mérőmódszereket megismertesse. Az egyszerű preparátumok készítése alapvető anyagismeret megszerzését, valamint a laboratóriumi alpműveletek begyakorlását szolgálja. Ezek révén - kémiai alapjelenségek, alapelvek vizsgálatán keresztül - a kémiai kísérletezés "hogyanjával és mikéntjével" kívánjuk hallgatóinkat megismertetni. Ezen bevezető gyakorlat célja az is, hogy a különböző előképzettségű hallgatók ismereteit azonos szintre hozza.

Várnagy Katalin

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 alapmennyiségek 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	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 terhelték. 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. BEVEZETÉS A LABORATÓRIUMI MUNKÁBA

BALESETVÉDELEM, LABORATÓRIUMI ESZKÖZÖK, GÁZÉGŐ HASZNÁLATA, ÜVEGMEGMUNKÁLÁS, DUGÓFÚRÁS

Cél

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

Bevezetés: A laboratóriumi biztonság

A kiegészítő tankönyvek részletesen tárgyalják és az első gyakorlaton a hallgatók a gyakorlatvezetőkkel meg is beszélnek 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

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

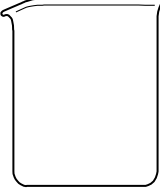
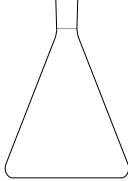
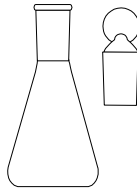
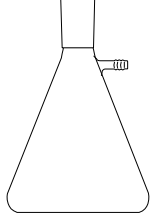
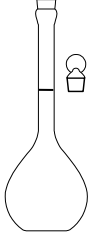
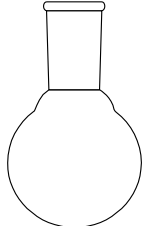

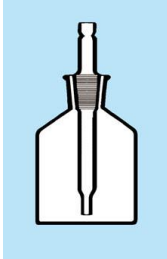
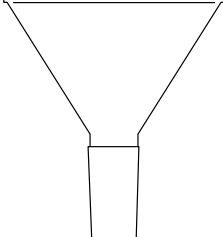
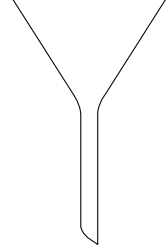
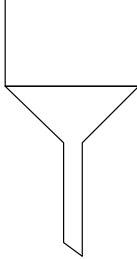



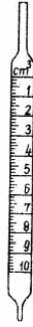

- 1. Laboratóriumi munka általános szabályai (3-6. old.)**
- 2. Laboratóriumi munkavédelmi és tűzrendészeti szabályok (6-11. old.)**
- 3. Az alapvető laboratóriumi eszközök, felszerelések és használatuk (12-44. oldal)**





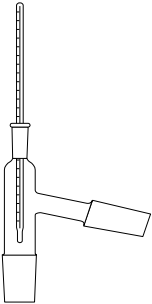
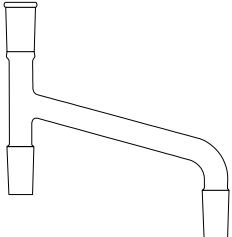
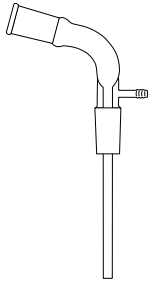

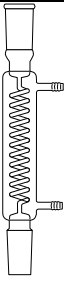
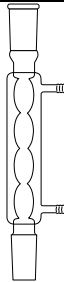

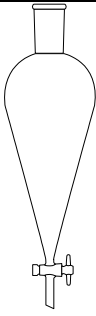
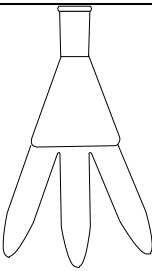




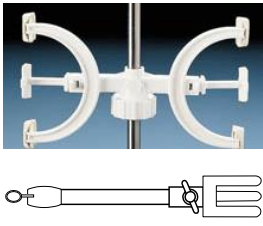


vagy a Lengyel Béla: Általános és szervetlen kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:




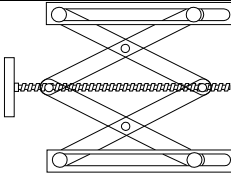



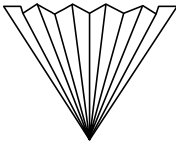



- 1.1. A laboratóriumi munka szabályai**
- 1.2. Elővigyázatossági rendszabályok a laboratóriumi munkában**
- 1.3. Laboratóriumi üveg- és porcelánedények és ezek tisztítása**
- 1.4. Laboratóriumi fémeszközök és karbantartásuk; laboratóriumi fatárgyak**
- 1.5. Gázégők**
- 1.6. Vegyszerek tárolása és használata**
- 1.7. Üvegmegmunkálás**
- 1.8. Parafa- és gumidugók; gumi- és műanyagcsövek, üvegcsapok**
- 1.12. Hőmérsékletmérés**

illetve jelen munkafüzet „Bevezetés” c. fejezetét.

A GYAKORLATOK SORÁN ALKALMAZOTT LEGFONTOSABB ESZKÖZÖK

			
Főzőpohár	Erlenmeyer-lombik	Jódszámlombik	Szívató palack
			
Mérőlombik	Gömlombik	Mérőhenger	Indikátoros-üveg cseppentővel
			
Portölcsér	Folyadéktölcsér	Büchner-tölcsér	Bemérőedény
			
Egyjelű hasas pipetta	Kétjelű hasas pipetta	Osztott pipetta	Dugattyús pipetta

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

 <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. TÖMEG- ÉS TÉRFOGATMÉRÉS, OLDATKÉSZÍTÉS

Cél

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

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

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

4. A tömegmérés és a mérlegek (50-55. old.)

5. Térfogatmérés és térfogatmérő eszközök (56-66. old.)

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.9. Tömegmérés, mérlegek és súlyok

1.10. Térfogatmérés

illetve jelen munkafüzet bevezető fejezetét.

2.1. Tömegmérés tara- és analitikai mérlegen

Gyakorlat

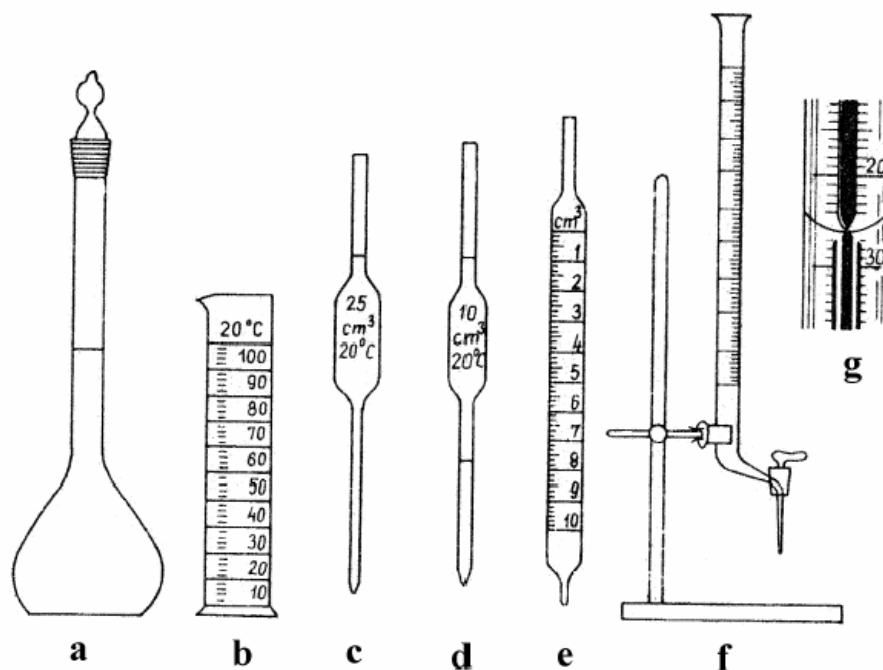
Egy előkészített számozott tárgyat válasszon ki és mérje meg a tömegét táramérlegen. **Tanulja meg a mérleg pontos és helyes kezelését, és értse meg a tárazás lényegét!** A jegyzőkönyvébe jegyezze fel a tárgy tömegét

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

2.2. Térfogatmérés, oldatkészítés bemutatása

Gyakorlat

A gyakorlatvezetők bemutatják a legfontosabb térfogatmérő eszközöket, és azok pontos használatát, valamint az oldatkészítést. **Amennyiben korábban még nem használt pipettát és mérőlombikot, gyakorolja a pipetta használatát és desztillált vízzel töltsse jelig a mérőlombikot!**



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

2.3. Térfogatmérő eszközök kalibrálása

Gyakorlat

A mérőeszközök névleges térfogatát a mérőeszközbe tölthető (mérőlombik), illetve a belőle kifolyatható (pipetta, buretta) víz tömegének mérésével ellenőrizzük. A térfogat ellenőrzéséhez kiforralt és lehűtött desztillált vizet használunk, amelyet a mérlegszobában 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.

Pipetta, buretta kalibrálása: 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 vagy bürettát, jelre állítjuk. A bemérőedénybe engedjük a vizet, az edényt lezárjuk a tetejével és újból meghatározzuk a tömegét.

Mérőlombik kalibrálása: Analitikai mérlegen megmérjük az üres, száraz mérőlombik (a csiszolatos dugójával együtt) tömegét. Az előkészített víz pontos hőmérsékletének megállapítása után a vízzel megtöltjük a lombikot, jelre állítjuk, és a csiszolatos dugóval együtt újból megmérjük a tömegét.

A víz tömegéből, valamint az adott hőmérséklethez tartozó sűrűség adatból (Lengyel praktikum: XIX. táblázat) a kimért víz térfogata meghatározható (Ha szükséges, a pontos sűrűség adatot interpolációval határozza meg; ld. Bevezetés).

A pipetta kalibrálás esetén a mérést legalább négyeszer ismétlje meg. Ezt egyszerűen megtehetjük úgy, hogy a vizet már tartalmazó, megmért tömegű bemérőedénybe újabb, az előzővel azonos mennyiségű, ismert hőmérsékletű vizet emgedünk, és újból lemérjük az edény tömegét.

A fenti leírás alapján kalibrálja a pipettáját!

2.4. Adott koncentrációjú oldat készítése kristályos 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 kémiaailag 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. Vízben 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 kémiaailag oldódnak. *A kémiai oldódást mindig fizikai oldódásnak kell követnie, hogy végeredményben tiszta oldatot kaphassunk.*

Gyakorlat

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

Gyakorló feladatok

1. Milyen helyiségben, milyen körülmények között kell a mérlegeket felállítani és használni, hogy a mérlegelés a lehető legpontosabb legyen?

2. Egy hitelesített 5 grammos súlyt három különböző táramérleget három-háromszor lemértünk és a következő eredményeket kaptuk:

Mérés	1. mérleg (g)	2. mérleg (g)	3. mérleg (g)
1	5,05	5,17	5,16
2	5,00	5,15	4,89
3	4,99	5,09	4,91

a/ Számolja ki a mért átlagtömegek eltérését a valódi tömegtől mindhárom adatsorra! (ld. Bevezető fejezet)

b/ Állítsa sorrendbe a mérlegeket helyesség alapján!

c/ Mennyi az átlagos eltérés ($\bar{\delta}$)?

d/ Állítsa sorrendbe a mérlegeket precizitás alapján!

3. Nevezze meg a következő mennyiségek laboratóriumi munkában használt SI és metrikus egységeit!

Mennyiség	SI egység	Metrikus egység	Átváltási tényező
hosszúság (l)			
térfogat (V)			
tömeg (m)			
anyagmennyiség (n)			
sűrűség (ρ)			

4. Melyik egység fejez ki nagyobb mennyiséget? Tegye ki a megfelelő relációjeleket!

1 kg	1 g	1 dm ³	1 l
1 cm ³	1 ml	1 J	1 cal
1 mg	1 ng	1 Pa	1 bar
1 nm	1 mm	1 g/cm ³	1 t/m ³

5. 10 cm³ térfogatú oldatot különböző térfogatmérő eszközökkel mér be. Hogyan jegyzi fel (milyen pontossággal) az adatot a jegyzőkönyvébe, ha a mérést az alábbi eszközökkel végzi:

a.) mérőhengerrel:.....cm³, b.) bürettával:.....cm³, c.) pipettával:.....cm³.

6. 50 cm³ oldatot ($\rho = 1,000 \text{ g/cm}^3$) akarunk kimérni: állítsa sorrendbe az alábbi módon kimért oldatokat a térfogat pontossága alapján:

- mérőhengerrel kimérünk 50 cm³ oldatot
- 50 cm³-es mérőlombikot jelig töltünk és kiöntjük belőle egy főzőpohárba az oldatot
- 50 cm³-es kétjelű pipetából jeltől jelig kiengedjük a folyadékot
- 10 cm³-es kétjelű pipetából ötször jeltől jelig kiengedjük a folyadékot
- beosztással ellátott főzőpohárban az 50 cm³-es jelig töltjük a folyadékot
- analitikai mérlegen kimérünk 50,0000 g oldatot

legpontosabb \longrightarrow legkevésbé pontos

.....

3. SŰRŰSÉGMÉRÉS

Cél

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

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

6. A sűrűség és mérése (71-72. old.)

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.11. Sűrűségmérés

3.1. A készített oldat sűrűségének meghatározása mérőlombik segítségével

Gyakorlat

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:

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

3.2. A készített oldat sűrűségének meghatározása piknométerrel

Gyakorlat

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 kapillárisal 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 tartjuk 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. Az oldat %(m/m)-os összetételének meghatározása

- A készített oldatban feloldott szilárd anyag tömegének (illetve a koncentrációjának) és az oldat sűrűségének ismeretében az oldat tömegszázalékos összetétele meghatározható.

3.3. Az oldat tömegszázalékos összetételének meghatározása a mért sűrűség alapján

A készített oldatban feloldott szilárd anyag tömegének (illetve a koncentrációjának) és az oldat mért sűrűségének ismeretében az oldat tömegszázalékos összetétele meghatározható.

Mintafeladat

3,1915 g kristályvizes cink-szulfátból ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) pontosan $100,00 \text{ cm}^3$ oldatot készítettünk. Ezt követően pikonométerrel meghatároztuk az oldat sűrűségét, ami $1,0152 \text{ g/cm}^3$ -nek adódott.

a/ Mennyi a készített oldat anyagmennyiség koncentrációja?

b/ Mennyi a készített oldat tömeg%-os összetétele?

A megoldás menete:

a/ $M(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 287,5 \text{ g/mol}$, $m(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 3,1915 \text{ g}$

$$n(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{3,1915 \text{ g}}{287,5 \text{ g/mol}} = 0,0111 \text{ mol}$$

$$V(\text{oldat}) = 100,00 \text{ cm}^3 = 0,1000 \text{ dm}^3$$

$$c(\text{oldat}) = \frac{n}{V} = \frac{0,0111 \text{ mol}}{0,1000 \text{ dm}^3} = \mathbf{0,111 \text{ mol/dm}^3}$$

b/ A tömeg%-os összetétel megadásához ismernünk kell az oldat tömegét és az abban feloldott só (kristályvíz nélküli) tömegét.

$$V(\text{oldat}) = 100,00 \text{ cm}^3, \rho = 1,0152 \text{ g/cm}^3, m(\text{oldat}) = V \cdot \rho = 100,00 \cdot 1,0152 \text{ g/cm}^3 = 101,52 \text{ g}$$

$$n(\text{oldott anyag}) = n(\text{ZnSO}_4) = n(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,0111 \text{ mol}$$

$$M(\text{ZnSO}_4) = 161,5 \text{ g/mol},$$

$$m(\text{oldott anyag}) = n(\text{ZnSO}_4) \cdot M(\text{ZnSO}_4) = 0,0111 \text{ mol} \cdot 161,5 \text{ g/mol} = 1,793 \text{ g}$$

$$\text{tömeg\%-os összetétel: } \frac{m(\text{oldott anyag})}{m(\text{oldat})} \cdot 100 = \frac{1,793 \text{ g}}{101,52 \text{ g}} \cdot 100 = \mathbf{1,766 \% (m/m)}$$

4. Dekantálás, centrifugálás, szűrés

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

3.2.1.2. A szűrésnél használt eszközök (23-30. old.)

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.13. Oldás, aprítás, keverés

1.14. Dekantálás, centrifugálás, szűrés

Gyakorlat

A gyakorlatvezetők bemutatják a különböző szűrőberendezéseket és azok alkalmazását.

Gyakorló feladatok

1. Milyen sűrűségmérő eszközöket/módszereket ismer? Állítsa ezeket pontosságuk szerint sorrendbe!

2. A víz sűrűsége szobahőmérsékleten gyakorlatilag 1 g/cm^3 . Ha 25 cm^3 térfogatú minta sűrűségét határozza meg, milyen pontossággal (hány értékes jeggyel: $1,0 \text{ g/cm}^3$, $1,00 \text{ g/cm}^3$, stb) adja meg az eredményt ha

a/ analitikai mérleget és egy 25 ml-es kétjelű pipettát használt:

b/ táramérleget és kétjelű pipettát használt:

c/ analitikai mérleget és mérőhengert használt:

d/ táramérleget és mérőhengert használt:

e/ piknométert és analitikai mérleget használt:

3 Egy szilárd anyag sűrűségének meghatározásához a tömegét analitikai mérlegen lemérve, azt $43,7523 \text{ g}$ -nak találtuk. Térfogata az általa kiszorított víz térfogatának mérőhengerben való mérésével $22,3 \text{ cm}^3$ -nek adódott. Az indokolt értékes jegy pontossággal adja meg e szilárd anyag sűrűségét!

4. Becsülje meg, hogy a következő anyagok sűrűsége nagyobb vagy kisebb-e mint a vízé?

a.) 1 m élhosszúságú fakocka:..... b.) az Ön teste:.....

c.) egy darab mészkőásvány:..... d.) faforgács:.....

e.) egy ólomsörét:.....

5. KEVERÉKEK, ELEGYEK SZÉTVÁLASZTÁSA, SZILÁRD ANYAGOK TISZTÍTÁSA

Cél

Laboratóriumi alpműveletekkel való ismerkedés: porítás, oldás, dekantálás, centrifugálás, szűrés, kristályosítás. Kétkomponensű szilárd anyagkeverékek oldhatósági különbség alapján való szétválasztása, a vízoldható komponens kristályosítással való tisztítása.

Bevezetés

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 oldószerek 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

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

3.2.1.2. A szűrésnél használt eszközök (23-30. old.)

7. Szilárd anyagok tisztítása átkristályosítással (72-74. old.)

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.13. Oldás, aprítás, keverés

1.14. Dekantálás, centrifugálás, szűrés

1.15. Oldott anyagok kristályosítása

Nátrium-kloriddal szennyezett benzooesav tisztítása

Gyakorlat

2 g körüli szennyezett benzooesavat mérjük ki táramérlegen, és oldjuk fel kb. 15 cm³ 1:1 térfogatarányú víz-aceton elegyben. Oldódás után szűrjük le az elegyet redős szűrőn, a főzőpoharat kb. 5 cm³ víz-aceton eleggyel öblítsük át. A szűrletet kb. 80 cm³ hideg desztillált vízzel hígítsuk meg. A kiváló kristályokat Büchner-tölcsérral szűrjük, néhányszor jeges desztillált vízzel mossuk. A benzooesav tisztaságát úgy ellenőrizhetjük, hogy a tölcsérből kicsepegő mosófolyadékot kémcsőben felfogjuk, híg salétromsavval megsavanyítjuk, és egy-két csepp reagens ezüst-nitrát-oldatot öntünk hozzá. Fehér csapadék (AgCl) sok, fehér zavarosodás (opaleszcencia) kevés klorid jelenlétét jelzi. A szilárd anyag kloridmentes, ha ezüst-nitrát hozzáadása után is az oldat átlátszó marad. Amennyiben a benzooesav tiszta, levegőn való szárítás után mérjük le a tömegét.

A tisztaságát az olvadáspont meghatározásával is ellenőrizzük! A kész terméket lezárt edényben tegyük félre egy későbbi gyakorlatra!

6. EGYSZERŰ PREPARÁTUMOK ELŐÁLLÍTÁSA

Cél

Egyszerű, a komponensek elegyítésével előállítható preparátum készítése. Az alapvető laboratóriumi műveletek (szűrés, kristályosítás) gyakorlása egy egyszerű preparátum előállítása során.

Bevezetés

A timsó gyűjtőnév alatt az alábbi általános képlettel jellemezhető, kristályvíztartalmú kettős sókat értjük:

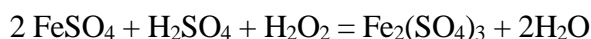


Az M^+ legáltalánosabban Na^+ , K^+ , Tl^+ , NH_4^+ vagy Ag^+ , míg az M^{3+} lehet Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Ti^{3+} vagy Co^{3+} . A gyakorlaton a legismertebb timsókat állítják elő.

6.1. Vas(III)-ammónium-szulfát (vastimsó) $[FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ előállítása

Gyakorlat

A vegyületet vas(II)-szulfátnak ammónium-szulfát és kénsav jelenlétében hidrogén-peroxiddal történő oxidációjával állíthatjuk elő. A tömény kénsav biztosítja a reakció lezajlásához szükséges savas kémhatást, és egyúttal megakadályozza a keletkező vas(III)-szulfát hidrolízisét.

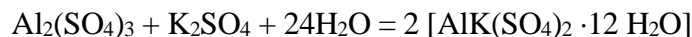


13,9 g (0,05 mol) $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ -t feloldunk 25 cm³ víz és 2,5 cm³ cc. H_2SO_4 elegyében (a kénsav hígítását óvatosan végezzük, a kénsavat öntve lassan, kevergetés közben a vízbe és nem megfordítva!). Ha hidegen nem oldódik, enyhén melegítsük meg az oldatot. Ezt követően állandó kevergetés közben 10 cm³ 30%-os H_2O_2 -oldatot csepegtetünk hozzá. A gázfejlődés megszűnése után a kapott oldatot redős szűrőn leszűrjük és 3,3 g (0,025 mol) ammónium-szulfát tömény vizes oldatával elegyítjük. Kristályosítás céljából szobahőmérsékleten hagyjuk állni. Egy hét múlva a timsó kiválik. A kristályokat szívótölcséren leszűrjük és szűrőpapír között szárítjuk.

Tulajdonságai: Egészen tiszta állapotban színtelen, gyakran azonban halvány ibolyás színű, amelyet valószínűleg a $[Fe(H_2O)_6]^{3+}$ kationok okoznak. Vizes oldata barna színű. Nedves levegőn állva kristályai a felületükön sárgásbarnára színeződhetnek.

6.2. Alumínium(III)-kálium-szulfát (timsó) $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ előállítása

Gyakorlat



Ha alumínium-szulfát és kálium-szulfát melegén telített ekvimoláris oldatát összeöntjük, az oldatból lehűléskor alumínium-kálium-szulfát kristályosodik ki.

16,6 g (0,025 mol) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$ -t 13 cm³ forró vízben oldunk és 80 °C-on hozzáöntjük 4,4 g (0,025 mol) K_2SO_4 25 cm³ vízzel készült oldatát. Lehűléskor a timsó kikristályosodik. A kristályokat szívótölcséren leszívátjuk, kevés hideg vízzel mossuk. Ha szükséges, 90 cm³ forró vízből átkristályosíthatjuk. A kivált kristályokat leszívátás után szűrőpapír között szárítjuk.

Tulajdonságai: Szép, oktaéder alakú, víztiszta kristályok. Vízben jól oldódnak. Íze fanyar, vizes oldata enyhén savas kémhatású.

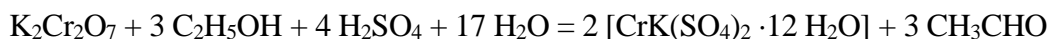
6.3. Króm(III)-kálium-szulfát (krómtimsó) $[\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ előállítása

Gyakorlat

Ha ekvimoláris mennyiségű króm(III)-szulfát és kálium-szulfát telített oldatát összeöntjük, ebből az oldatból állás közben krómtimsó válik ki.

Króm-szulfáto-akvakomplexek képződése a kristályosodás időtartamát nagyon megnyújtja, ezért ennek elkerülésére az előírásokat pontosan tartjuk be.

Az előállításához szükséges $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ -ot frissen készítjük kálium-dikromátból ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) redukcióval, mert állás közben a $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ -oldatban króm(III)-szulfáto-akvakomplex keletkezik, ami lassítaná a reakciót a fentiek szerint. Az elegyből közvetlenül a krómtimsó kristályosodik ki.



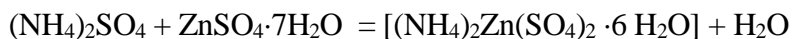
7,4 g (0,025 mol) kálium-dikromátot 50 cm³ víz és 11 cm³ tömény kénsav elegyében oldunk (a kénsav hígítását óvatosan végezzük, a kénsavat öntsük lassan, kevergetés közben a vízbe és nem megfordítva; ez a számított mennyiség kétszerese), majd hidegen, jeges hűtés közben (a pohár köré, kristályosító tálba apróra tört jeget helyezünk), kis adagokban 7 cm³ etanolt adunk hozzá. Az alkohol a Cr(VI)-ot Cr(III)-má redukálja, miközben maga aldehiddé oxidálódik. Gondoskodjunk arról, hogy a redukció közben a hőmérséklet sohase emelkedjék 40 °C fölé, mert melegén króm(III)-szulfáto-akvakomplex képződik. (Az oldat ebben az esetben zöld színű lesz és a timsó csak több hetes állás után válik ki.) Egy heti állás után a kivált kristályokat szivatótölcséren leszűrjük és kevés vízzel mossuk. Tisztítás céljából átkristályosíthatjuk, de az oldat hőmérséklete 40 °C fölé ekkor se emelkedhet. (Ha a leírásnak megfelelően járunk el, akkor is nagyon gyakran előfordul, hogy a kristályok csak két vagy három hét állás után válnak ki!)

Tulajdonságai: Sötét ibolyásvörös kristályok. Vízben jól oldódnak.

6.4. Ammónium-cink-szulfát $[(\text{NH}_4)_2\text{Zn}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ előállítása

Gyakorlat

Az ammónium-cink-szulfátot mint kettős só ammónium-szulfát és cink-szulfát vizes oldatának elegyítésével és együttes kristályosításával állíthatjuk elő:

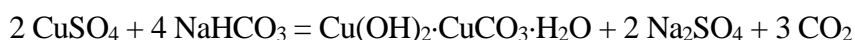


7,19 g (0,025 mol) $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ -ból és 3,3 g (0,025 mol) ammónium-szulfátból kb. 10 cm³ desztillált vízzel készítsünk külön-külön oldatot (ha szükséges, melegítsük). Ha valamelyik oldat nem teljesen tiszta, redős szűrőn forrón szűrjük át. A két oldatot forrón elegyítsük és kristályosítóalban hagyjuk lehűlni. Lehűlés után az oldatból ammónium-cink-szulfát – víz (1/6) kristályos válnak ki. A kivált kristályokat Büchner tölcserrel szűrjük, és levegőn szárítsuk.

6.5. Bázisos réz(II)-karbonát $(\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{CuCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ előállítása

Gyakorlat

A réz(II)-sók vizes oldatból alkáli-karbonátok hatására változó összetételű bázisos réz(II)-karbonátok válnak le:

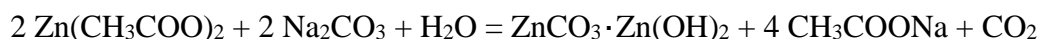


Táramérlegben, főzőpohárban mérjük ki 12,5 g kristályvizes réz(II)-szulfátot ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) és oldjuk fel annyi hideg vízben, amennyiben feloldódik. A kimért réz(II)-szulfát mennyisége alapján számítsuk ki, hogy a reakcióegyenletnek megfelelően mekkora tömegű NaHCO_3 -ra van szükségünk. Ezt a mennyiséget egy másik főzőpohárban, táramérlegben mérjük ki és oldjuk fel vízben (az oldatot ne melegítsük). A CuSO_4 -oldat teljes mennyiségét kevergetés közben öntsük a nátrium-hidrogén-karbonát-oldathoz. Főzőpohárban végezzük az összeöntést, mert a felszabaduló szén-dioxid erős pezsgést okoz. Zöld színű, pelyhes csapadék keletkezik. A csapadékos oldatot tegyük 1 órára vízfürdőre, ezáltal tömörebb és szűrhetőbb lesz. A bázisos réz(II)-karbonátból álló csapadékot szívótölcséren szűrjük meg és hideg vízzel mossuk, amíg a lecsepegő oldat BaCl_2 -dal már nem ad csapadékot. A csapadékot szűrőpapíron, levegőn hagyjuk megszáradni.

6.6. Bázisos cink(II)-karbonát ($\text{ZnCO}_3 \cdot \text{Zn(OH)}_2$) előállítása

Gyakorlat

Táramérlegen, főzőpohárban mérjük ki 11,0 g kristályos cink(II)-acetátot és oldjuk fel annyi forró vízben, amennyiben feloldódik. A kimért cink(II)-acetát mennyisége alapján számítsuk ki, hogy a reakcióegyenletnek megfelelően mekkora tömegű Na_2CO_3 -ra van szükségünk. Ezt a mennyiséget oldjuk fel kevés vízben (ezt az oldatot ne melegítsük). A meleg cink(II)-acetát oldatot kis részletekben adagoljuk a nátrium-karbonát-oldathoz. Fehér színű csapadék alakjában bázisos cink-karbonát képződik az alábbi reakcióegyenletnek megfelelően:

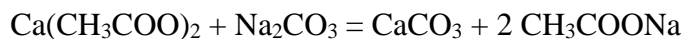


Nézzük meg az oldat kémhatását, és ha nem lenne lúgos, öntsünk az elegyhez még kevés nátrium-karbonát-oldatot és melegítsük tovább. A csapadékot hagyjuk leülepedni, szűrjük le Büchner-szűrővel vákuumszűrő berendezést alkalmazva, és vízzel alaposan mossuk ki. A leszűrt szilárd anyagot levegőn szárítsuk.

6.7. Kalcium-karbonát (CaCO_3) előállítása

Gyakorlat

Az alkáliföldfém-karbonátokat legegyszerűbben úgy állíthatjuk elő, hogy valamilyen vízben oldódó sójukat számított mennyiségű nátrium-karbonát-oldattal reagáltatjuk. Kalcium-karbonátot a kalcium-acetátból kiindulva is előállíthatunk az alábbi reakcióegyenletnek megfelelően:



Táramérlegen, főzőpohárban mérjük ki 8,8 g kristályos kalcium(II)-acetátot és oldjuk fel annyi forró vízben, amennyiben feloldódik. A kimért kalcium-acetát mennyisége alapján számítsuk ki, hogy a reakcióegyenletnek megfelelően mekkora tömegű Na_2CO_3 -ra van szükségünk. Ezt a mennyiséget oldjuk fel kevés vízben (az oldatot ne melegítsük). A kalcium-acetát oldatot főzőpohárban forraljuk fel, és a forró oldathoz cseppenként adagoljuk a nátrium-karbonát oldatot. A levált csapadékot hagyjuk leülepedni, majd szűrjük le Büchner-tölcséren vákuumszűrő berendezést alkalmazva. Az így leszűrt kalcium-karbonátot meleg vízzel mossuk és levegőn szárítsuk.

Gyakorló feladatok

1. Írjon konkrét példát:

- a) egykomponensű homogén rendszerre
- b) többkomponensű homogén rendszerre
- c) egykomponensű heterogén rendszerre
- d) többkomponensű heterogén rendszerre

Az oldat melyik rendszerhez sorolható be?

2. Hogyan érhetünk el kristálykiválást egy adott vegyület oldatából?

3. Kristályosítás során mit nevezünk zárványoknak, és hogyan kerülhetjük el a zárványok képződését?

4. Mit nevezünk elméleti hozamnak és kitermelésnek?

elméleti hozam:

kitermelés:

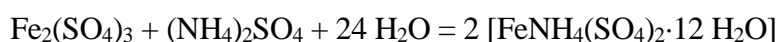
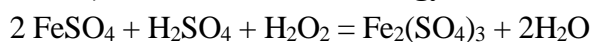
5. Számítsa ki az előállítandó preparátumok elméleti hozamát a feladatban megadott adatokból kiindulva!

Mintafeladat ((A megoldás egy lehetséges menetét adjuk meg, de a feladat más úton is megoldható.)

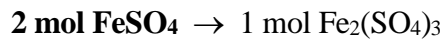
a/ A vastímsó ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) elméleti hozamának számítása, ha 13,90 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ -ból (és megfelelő mennyiségű $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -ból) indulunk ki:

$$M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 277,9 \text{ g/mol}, n(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = \frac{13,90\text{g}}{277,9\text{g/mol}} = 13,90 \text{ g} / 277,9 \text{ g/mol} = 0,05002 \text{ mol}$$

A vastímsó ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) előállításának reakcióegyenlete:



Az egyenletből látható, hogy



így mivel $n(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,05002 \text{ mol}$

elméletileg keletkezik: $n(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 0,05002 \text{ mol}$

Így az elméleti hozam:

$$m(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}) = 0,05002 \text{ mol} \cdot 481,8 \text{ g/mol} = \mathbf{24,10 \text{ g}}$$

b/ A közönséges timsó elméleti hozamának számítása 16,60 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ -ból és 4,40 g K_2SO_4 -ból kiindulva:

c/ A krómtimsó elméleti hozamának számítása 7,40 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -ből kiindulva:

d/ Az ammónium-cink-szulfát elméleti hozamának számítása 7,19 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ -ból és 3,30 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -ból kiindulva:

e/ A bázisos cink(II)-karbonát elméleti hozamának számítása 11,00 g $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ból kiindulva

6 Miért kellett lassú ütemben, folyamatos keverés és hűtés mellett adagolni az etanolt a krómtimsó előállítása során?

7 Mi a szerepe az etanolnak a krómtimsó, a hidrogén-peroxidnak a vastimsó előállításánál? Melyik atomnak és hogyan változik az oxidációs száma a reakció során?

8 Miért szükséges a kénsavat feleslegben adagolni a vastimsó előállítása során?

9. Bázisos réz(II)-karbonátot akarunk előállítani (ld. a preparátum leírását). 9,00 g kristályvizes réz-szulfátból készített oldathoz hány g nátrium-hidrogén-karbonátot kell kimérnünk, hogy a reakcióegyenletnek megfelelő mennyiséggel reagáltassuk?

Elméletileg hány g bázisos réz(II)-karbonát keletkezik (mennyi az elméleti hozam)?

Hány %-os a kitermelés, ha ténylegesen 1,72 g szilárd anyagot kaptunk?

10. 13,02 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -ot oldottunk vízben. Ennek meleg oldatához 27,22 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ -ot adtunk. Hány %-os a kitermelés, ha a reakció során 28,72 g $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ keletkezett?

7. HŐMÉRSÉKLETMÉRÉS, HALMAZÁLLAPOTVÁLTOZÁSOK

Cél

A hőmérsékletmérés módjainak áttekintése. Az olvadáspont és forráspont, mint anyagi jellemző. Ismeretlen szilárd anyag olvadáspontjának, illetve illékony folyadék forráspontjának meghatározása.

Bevezetés

Az **olvadáspont** az anyagi minőségre jellemző fizikai állandó. Értéke az a hőmérséklet, amelyen az illető anyag szilárd és cseppfolyós fázisa egymással termikus egyensúlyban van. Az olvadáspont a nyomás változásával csak viszonylag kismértékben változik, jelentősen befolyásolhatja viszont idegen, szennyező anyagok jelenléte.

A folyadékok a forrtpontjuknál alacsonyabb hőmérsékleten csak a felületükön párolognak. Tenziójuk értéke, a hőmérséklet emelésével fokozatosan nő, majd egy adott, a folyadék anyagi minőségére jellemző hőmérsékleten, egyenlővé válik a külső légnyomással. Ekkor a folyadék forrni kezd. A **forráshőmérséklet** tehát az a hőmérséklet, amelyen az anyag tenziója egyenlővé válik a környezet nyomásával. A forráshőmérséklet értéke jelentősen függ a külső nyomástól. A nyomás növelésével nő a forráshőmérséklet is. A 101325 Pa külső nyomásra vonatkoztatott forráshőmérsékletet **forráspont**nak nevezzük. (Egyes irodalmakban a forráshőmérséklet fogalmára a *forráspont* fogalmat használják, s megkülönböztetésül a 101325 Pa nyomáson mért forráspontot *normális forráspont*nak nevezik.)

Könnyen előfordulhat, hogy a folyadék hőmérséklete forráspontja fölé emelkedik anélkül, hogy a forrását észlelnénk, azaz a folyadék túlhevül. (Ilyenkor beszélünk késleltetett forrásról.) Az esetleges túlhevülés a forráspont meghatározás eredményét meghamisítja, ezért általában forrást elősegítő anyagokkal küszöböljük ki. (Ilyen anyagok lehetnek: a folyadékba vitt érdes felületű horzsakó, mázatlan porcelán stb.)

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

3.1. A laboratóriumi melegítés módszerei és eszközei

9. A laboratóriumi hűtés

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.5. Gázégők

1.12. Hőmérsékletmérés

11.1. Olvadáspont

11.2. Túlhűtés tanulmányozása

11.4. Forráspont

7.1. Szilárd anyag olvadáspontjának meghatározása

Gyakorlat

A gyakorlat során a feladat egy ismert és egy ismeretlen olvadáspontú anyag olvadáspontjának meghatározása. Az olvadáspont meghatározására az alábbi, könnyen kivitelezhető módszert alkalmazzuk:

A mérendő anyag kis mennyiségét egy kb. 10 cm hosszú, egyik végén beforrasztott kapillárisba visszük. Az anyag bevitele úgy történik, hogy a kapillárist nyitott végével a porított anyagot tartalmazó üvegedénybe nyomjuk, majd zárt végével lefelé fordítva egy kb. 30-50 cm hosszú, nagyobb átmérőjű üvegcsőben, az ún. ejtőcsőben néhányszor leejtjük, s így az anyag a kapilláris aljára kerül. A kapillárist kb. 0,5-1 cm magasságig töltjük meg az anyaggal, majd a nyitott végétől számítva 1-1,5 cm-re *Bunsen-égő* fölött meghajlítjuk, vagy keskeny ragasztószalaggal rögzítjük. (Ez utóbbi módszer magas olvadáspontú anyagok esetén természetesen nem használható.) Az ily módon elkészített kapillárist a készülék oldalsó nyílásába tesszük.

A lombikot a kapilláris behelyezése előtt állványba fogjuk és kb. 2/3 részéig paraffinolajjal töltjük meg (ez kb. 200 °C alatti hőmérsékleten olvadó anyagok olvadáspontjának meghatározására alkalmazható). A lombikot közvetlen lángon melegítjük. (A *Bunsen-égő* lángját kicsire vegyük és arra is ügyeljünk, hogy az ne kormozzon.) A melegítést nagyon lassan végezzük. Egyszer-kétszer körbeviszük a lángot a lombik falán, majd kis szünetet tartunk. Csak ilyen lassú melegítéssel érhetjük el, hogy a belső hőmérséklet különbségek állandóan kiegyenlítődjenek, illetve, hogy az anyag fokozatos megolvadása nyomon követhető legyen. Az olvadáspontot akkor olvashatjuk le a hőmérőn, amikor a kapillárisban az anyag éppen olvadni kezd. (Helyes hevítésnél ettől számítva az anyag teljes mennyisége közelítőleg 10 másodperc alatt olvad meg.) A mérést ismétljük meg még egyszer vagy kétszer (természetesen új töltetű kapillárisokkal), s az adatok középértékét fogadjuk el az anyag olvadáspontjának. Helyes mérés esetén a párhuzamos mérések során meghatározott olvadáspont értékének $\pm 0,1$ °C-on belül meg kell egyeznie.

Feladat: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (gyakorló mérés) és egy ismeretlen olvadáspontú anyag olvadáspontjának a meghatározása

8. SZTÖCHIOMETRIA: SZILÁRD KEVERÉK TÖMEGSZÁZALÉKOS ÖSSZETÉTELÉNEK MEGHATÁROZÁSA

Cél

Kétkomponensű keverék tömegszázalékos összetételének meghatározása kémiai reakció alapján.

8.1. KClO_3 + KCl keverék összetételének meghatározása

Bevezetés

A kálium-klorát (KClO_3) mangán-dioxid (MnO_2) katalizátor jelenlétében hevítés hatására kálium-kloridra és oxigénre bomlik. Ez a reakció kényelmesen alkalmazható laboratóriumi méretekben oxigén előállítására. Kis mennyiségű MnO_2 -ot adva egy KClO_3 + KCl keverékhez, melegítés hatására a minta KClO_3 tartalma KCl -dá alakítható. A súlycsökkenésből az eredeti keverék összetétele meghatározható.

Gyakorlat

Egy kémcsőbe mérjük be kis mennyiségű MnO_2 -ot (max. 0,1 g-ot) táramérlegen. Adjunk hozzá kb. 2 g ismeretlen összetételű porkeveréket és újra mérjük le táramérlegen. Rázogatással keverjük el a katalizátort a porkeverékkel. *Bunsen*-láng fölött gyengén melegítsük a kémcsövet rázogatós közben. **(A melegítést fulke alatt végezzük! Használjunk kémcsőfogót!)** Ezt követően néhány percen át hevítjük erősebben a mintát. (Ügyeljünk arra, hogy a kémcső szája se magunk, se társaink felé ne nézzen!) Tegyük félre a kémcsövet és hagyjuk lehűlni. Lehűlés után táramérlegen mérjük le a kémcsövet tartalmával együtt. A tömegmérési adatokból számítsuk ki a minta tömeg%-os összetételét.

9. ADOTT KONCENTRÁCIÓJÚ NÁTRIUM-HIDROXID OLDAT KÉSZÍTÉSE

9.1. Adott koncentrációjú nátrium-hidroxid-oldat készítése

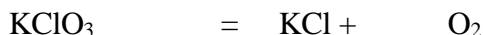
Gyakorlat

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

Egy tiszta, desztillált vízzel kiöblített 250 cm^3 -es, beosztással ellátott főzőpohárba tegyünk kb. 50 cm^3 desztillált vizet, majd kis műanyag mérőhenger segítségével mérjük be a szükséges lúgmennyiséget. **(Tömény lúgok szájjal történő pipetázása tilos!) Ügyeljünk, hogy a kimérés alatt ne cseppenjen el tömény lúg.** Összekeverés után a 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. Töltsük át az oldatot egy tiszta folyadéküvegbe, címkézzük fel, és felhasználásig lezárva, abban tároljuk.

Gyakorló feladatok

1. Egészítse ki a $KClO_3$ hő hatására történő bomlásának bruttó reakcióegyenletét!



2. A $KClO_3+KCl$ keveréket tartalmazó kémcső hevítése során különösen milyen balesetvédelmi előírásra kell ügyelnie?

3. 2,311 g $KClO_3$ és egy inert anyagot tartalmazó porkeveréket $300\text{ }^\circ\text{C}$ -on MnO_2 jelenlétében hevítettünk, amíg további súlycsökkenést már nem tapasztaltunk. Lehűlés után a maradék tömege 1,966 g. Hány tömeg% $KClO_3$ -ot tartalmazott a keverék? (A megoldás egy lehetséges menetét adjuk meg, de a feladat más úton is megoldható.)

Mi eredményezte a súlycsökkenést?

A fejlődött oxigén tömege: $m(O_2)$ g

A fejlődött O_2 anyagmennyisége: $n(O_2)$ mol

Az oxigén a $KClO_3$ -ból fejlődik, tehát a reakcióegyenlet alapján kiszámítható, hány mol $KClO_3$ -ot tartalmazott a keverék (ld. 1. feladat bruttó egyenlete):

A keverékben levő $KClO_3$ anyagmennyisége: $n(KClO_3)$ mol

A keverékben levő $KClO_3$ tömege: $m(KClO_3) = n(KClO_3) \cdot M(KClO_3) = \dots\dots\dots$ g

Ebből meghatározható, hogy hány tömegszázalék $KClO_3$ -ot tartalmazott a keverék:

..... **%(m/m) $KClO_3$**

4. $500,00 \text{ cm}^3$ $\sim 0,02 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú NaOH-oldatot kell készítenie 50 % (m/m)-os, $1,53 \text{ g/cm}^3$ sűrűségű NaOH-oldatból. Elvileg hány cm^3 tömény oldatot kellene bemérnie? (A megoldás egy lehetséges menetét adjuk meg, de a feladat más úton is megoldható.)

A készítendő oldatban levő oldott anyag anyagmennyisége:

$$c = 0,02 \text{ mol/dm}^3, V = 500 \text{ cm}^3 = 0,500 \text{ dm}^3$$

$$n(\text{NaOH}) = c \cdot V = \dots\dots\dots \text{ mol}$$

Ennek tömege: $m(\text{NaOH}) = n \cdot M(\text{NaOH}) = \dots\dots\dots \text{ g}$

A tömény oldat 100 g-jában 50 g NaOH van

Így kiszámítható, hogy hány g tömény oldat tartalmazza a szükséges NaOH-ot:

$$m(\text{tömény oldat}) = \dots\dots\dots \text{ g}$$

Ennek térfogata, tehát a bemérendő tömény oldat térfogata:

$$V = \frac{m}{\rho} = \dots\dots\dots \text{ cm}^3$$

Mennyit mérne be, ha csak egy 5 cm^3 végtérfogatú, $0,1 \text{ cm}^3$ -es beosztású osztott pipettája van?

10. SAV-BÁZIS TITRÁLÁSOK

Cél

Egy erős bázis adott koncentrációjú oldatának készítése tömény oldatból és pontos koncentrációjának meghatározása titrálással. Sav-bázis titrálás alkalmazási lehetőségeinek megismerése sztoichiometriai feladat megoldására valamely vegyület molekulatömegének meghatározásán keresztül

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit: **5.2.3. A büretta és a titrálás**

valamint gondolja át az általános kémia előadás, illetve az irodalom alapján:

a sav-bázis indikátorok működése, átcsapási tartományuk

10.1. A készített nátrium-hidroxid-oldat hígítása

Gyakorlat

Az előző pontban leírtaknak megfelelően elkészített $\sim 0,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú nátrium-hidroxid-oldatból készítsünk egy tízszeres hígítású oldatot: $10,0 \text{ cm}^3$ lúgoldatot pipettával mérjünk bele egy 100 cm^3 -es mérőlombikba, és töltsük jelig a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot!

10.2. A készített nátrium-hidroxid-oldat koncentrációjának meghatározása

Gyakorlat

3 titráló lombikba 10 cm^3 -es teli pipettával mérjünk be $10,00$ - $10,00 \text{ cm}^3$ -t a kiadott, ismert koncentrációjú sósavoldatból (**a pontos koncentrációját jegyezzük fel!**), hígítsuk desztillált vízzel 30 - 40 cm^3 -re és adjunk hozzá két-három csepp metilvörös indikátort. A bürettába a készített lúgoldatot töltsük. 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 titrálendő oldathoz, majd lassan (cseppenként) adagoljuk tovább a titráló oldatot (a végén esetleg törtcseppet adagolva) az átcsapási szín eléréséig.

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

10.3. Az átkristályosított benzooesav moláris tömegének meghatározása sav-bázis titrálással

Gyakorlat

Két titrálólombikba analitikai mérlegen mérjük ki 0,05 g körüli benzooesavat. A kimért szilárd anyagot oldjuk fel kb. 30 cm³ 1:1 térfogatarányú víz-aceton oldatban, és adjunk hozzá 3-4 csepp fenolftalein indikátort. és az általunk készített ~0,05 mol/dm³ (pontosan ismert) koncentrációjú nátrium-hidroxid oldattal titráljuk meg az így elkészített két mintát.

A két fogyásból **külön-külön** határozzuk meg a benzooesav moláris tömegét, és ezt a két értéket átlagoljuk. **Hasonlítsuk össze a kísérletileg meghatározott moláris tömeget a valódi moláris tömeggel!**

Gyakorló feladatok

2. $10,00 \text{ cm}^3$ $0,173 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú HCl oldatot $7,85 \text{ cm}^3$ ismeretlen koncentrációjú NaOH közömbösít. Számítsa ki a NaOH oldat koncentrációját! Ügyeljen az eredmény ésszerű pontossággal való megadására!

3. Adja meg a gyakorlaton használni kívánt sav-bázis indikátorok átcsapási pH tartományát!

fenolftalein:

metilvörös:

4. A tejsav (2-hidroxi-propánsav) egy egyértékű gyenge sav. Moláris tömegét nátrium-hidroxid-oldattal történő titrálással határoztuk meg. Titráló lombikba bemértünk $0,1025 \text{ g}$ tejsavat, $20\text{-}25 \text{ cm}^3$ desztillált vízben feloldottuk, és fenolftalein indikátor mellett $0,098 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú nátrium-hidroxid oldattal megtitráltuk. A fogyás $11,65 \text{ cm}^3$ volt. Mennyi a titrálás alapján a tejsav moláris tömege? Hány %-os az eltérés a tényleges moláris tömegtől? (A megoldás egy lehetséges menetét adjuk meg, de a feladat más úton is megoldható.)

A közömbösítés egyenlete:

$11,65 \text{ cm}^3$ mérőoldatban a nátrium-hidroxid anyagmennyisége: mol

A reakcióegyenlet alapján: $n(\text{NaOH}) = n(\text{tejsav}) = \dots\dots\dots \text{ mol}$

A tejsav tömege: $m = 0,1025 \text{ g}$

A tejsav moláris tömege: $M = \frac{m}{n} = \dots\dots\dots \text{ g/mol}$

A tejsav összegképlete:

Ez alapján a moláris tömege: g/mol

Eltérés a mért és a tényleges moláris tömeg között: %

11. MŰVELETEK GÁZOKKAL

Cél

Megismerkedés a tiszta, száraz gázok laboratóriumi előállításának módjaival. Egyszerű preparátum készítése gázhalmazállapotú anyag felhasználásával. Az oxigén gáz előállításán keresztül a laboratóriumi gázfejlesztés megismerése, alkalmazása, az alapvető laboratóriumi szerelés elsajátítása.

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

3.3. Műveletek gázokkal, a gázfejlesztés és a gázpalackok (35, 44-50. old.)

vagy a Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum című tankönyv vonatkozó fejezeteit:

1.19. Bevezetés a gázokkal való kísérletezéshez

1.19.1. Gázfejlesztő készülékek

1.19.2. Gázpalackok

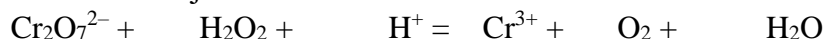
1.19.3. Gázok tisztítása, szárítása

1.19.4. Gázok nyomásának mérése

Oxigén előállítása és kén égetése oxigénben

Gyakorlat

Oxigént laboratóriumban legegyszerűbben és veszélytelenül úgy állíthatunk elő úgy, hogy kálium-dikromátra ($K_2Cr_2O_7$) kénsavas hidrogén-peroxid-oldatot csepegtetünk. Az oxigéngáz az alábbi kiegészítendő egyenlet szerint fejlődik:



A gázfejlődés sebessége a hidrogén-peroxid-oldat csepegtetésének sebességétől függ. A csiszolatos gázfejlesztő lombikjába portölcséren keresztül kb. 2 g elporított kálium-dikromátot szórunk. Lényeges, hogy a kristályok ne tapadjanak a csiszolat szájára, mert a piszkos csiszolat rosszul zár. A kálium-dikromát porítását fülke alatt végezzük, nehogy mérgező szállóporát belélegezzük. A csiszolatokat csapzsírral kenjük. A gázfejlesztő tölcserébe 14 cm^3 20 tömeg%-os kénsav és 6 cm^3 30 tömeg%-os hidrogén-peroxid-oldat elegyét öntjük. A kénsavas hidrogén-peroxidot cseppenként engedjük a kálium-dikromátra. A gázfejlődés sebességét kevés vizet tartalmazó gázmosón való átbuborékolatással ellenőrizhetjük, a gázfejlesztő készülék és a vizes gázmosó közé pedig egy fordítva szerelt üres gázmosót iktassunk. A vizes gázmosóhoz csatlakoztassunk vízzel félig megtöltött üvegekádba merített üvegpipát. A csapos tölcseréből óvatosan csepegtessük a savas hidrogén-peroxid-oldatot a kálium-dikromátra. Közelítsünk az üvegpipán kiáramló gázhoz parázsló gyújtószálat. Amikor a készülékből már oxigéngáz távozik, tegyük az üvegpipa végét vízzel töltött és szájával lefelé fordított üveghenger alá. Gyűjtsük a fejlődő oxigént az üveghengerbe úgy, hogy annak alján kevés víz maradjon. Zárjuk be az üveghenger nyílását a víz alatt üveglappal (vagy óraüveggel), majd vegyük ki a vízből és állítsuk nyílásával felfelé.

Égető kanálba tegyük babszem nagyságú kendarabkát vagy kénport, majd láng felett olvasszuk meg. A fejlődő kénzőzők a levegőn meggyulladnak. Mártsuk az égő ként az oxigénnel telt hengerbe. Ha az égés befejeződött, rázzuk össze a hengerben levő vizet a gázzal, és universal indikátorpapírral vizsgáljuk meg a kémhatását.

12. MOLÁRIS TÖMEG MEGHATÁROZÁSA

Cél

Egy mérési módszer megismerése folyadékok moláris tömegének meghatározására

Gyakorlat előtti felkészülés

A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át (az általános kémiai előadás, illetve az irodalom alapján) a következőket:

- molekulatömeg meghatározási módszerek
- tökéletes és reális gázok fogalma, állapotegyenlete

Bevezetés

Az általános gáztörvény értelmében az ideális gázok állapotjelzői között az alábbi összefüggés érvényes:

$$pV = nRT$$

A gáz anyagmennyisége (n) kifejezhető mint a tömeg és a relatív molekulatömeg hányadosa ($n = \frac{m}{M}$).

Az állapotjelzőknek és a gáz tömegének ismeretében így a relatív molekulatömeg közvetlenül számítható. A fenti egyenlet csak ideális gázok esetén érvényes szigorúan, de a gyakorlatban felhasználható könnyen párolgó folyadékok moláris tömegének közelítő meghatározására is. Ebben az esetben egy ismert térfogatú *Erlenmeyer*-lombikba kevés folyadékot öntünk, s a lombik száját alumíniumfóliával lezárjuk, amelyen egy kis nyílást hagyunk. Ezután a folyadékot ismert hőmérsékletű fürdőben teljesen elpárologtatjuk. A gőzök a levegőt teljesen kiszorítják, s hűtés után a lombik térfogatának megfelelő mennyiségű gőz kondenzálódik. Ennek tömegét meghatározhatjuk, s a p , V , és T adatok ismeretében a moláris tömeg kiszámítható.

Moláris tömeg meghatározása az ideális gáztörvény alapján

Gyakorlat

A kísérlethez egy 250-300 cm³ térfogatú tiszta és teljesen száraz *Erlenmeyer*-lombikot használunk. Először mérjük meg cg pontossággal az üres lombik és a lezáráshoz használt tartozékok (kb. 8-8 cm-es alumíniumfólia és 1 db gumigyűrű) együttes tömegét. Ezután az ismeretlen moláris tömegű folyadékból töltünk 3-5 cm³-t a lombikba, majd az alumíniumfólia és gumigyűrű segítségével zárjuk le az edényt. Vigyázzunk, hogy az alumíniumfólia ne szakadjon el. Vékony tűvel fúrjunk egy igen kicsi lyukat a lemez közepére, hogy a párolgás során keletkező gőzök és a levegő a lombikból eltávozhassanak. Ezután az *Erlenmeyer*-lombikot helyezzük egy literes főzőpohárba, amelyben vizet melegítünk. A lombikot egy állványra szerelt szűrőkarika segítségével nyomjuk annyira a vízbe, hogy a kiálló rész legfeljebb 1-2 cm legyen, és melegítsük a vízfürdőt addig, amíg az összes folyadék el nem párolog. Helyezzünk egy hőmérőt is a főzőpohárba, s amikor a folyadék teljesen elpárologott, az edényt vegyük ki a vízből s olvassuk le a hőmérőn a hőmérsékletet. Az *Erlenmeyer*-lombikot kívülről töröljük szárazra, majd várjuk meg, míg az edény szobahőmérsékletre lehűl (kb. 15 perc). Mérjük meg ismét a tömegét, majd szétbontás után az *Erlenmeyer*-lombik pontos térfogatát. Ehhez töltünk meg teljesen a lombikot csapvízzel, és mérőhengerrel határozzuk meg a víz térfogatát.

A rendelkezésre álló adatok alapján számítsuk ki a folyadék moláris tömegét!

Gyakorló feladatok

1. Írja fel a H_2 , a CO_2 és a H_2S laboratóriumi előállítására alkalmas reakció egyenleteit!

H_2 :

CO_2 :

H_2S :

2. Csoportosítsa az alábbi gázokat aszerint, hogy azok feltöltés után a gázpalackban cseppfolyós vagy gáz halmazállapotban vannak-e: Ar , Cl_2 , CO_2 , H_2 , N_2 , NH_3 , O_2 , SO_2 . Válaszát indokolja!

gázhalmazállapotban található:.....

cseppfolyós halmazállapotban található:.....

3. Milyen követelményeket támasztunk a gázok tisztítására és szárítására alkalmazható vegyszerekkel szemben?

4. A moláris tömeg meghatározása ideális gáztörvény alapján c. kísérlet során figyelmetlenségből nem párologtattuk el teljesen a lombikban levő illékony folyadékot. Milyen irányba változtatja ez a hiba a moláris tömeget? Indokolja!

5. Egy ismeretlen illékony folyadék 0,777 g-ja 314 cm^3 térfogatú $98,7 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékleten és 98660 Pa nyomáson.

a/ Hány mol gáz van jelen?

$$p = \dots\dots\dots \text{ Pa}$$

$$V = \dots\dots\dots \text{ m}^3$$

$$T = \dots\dots\dots \text{ K}$$

A gáz anyagmennyisége:

$$n = \dots\dots\dots \text{ mol gáz}$$

b/ Mennyi az anyag moláris tömege?

A gáz tömege:

$$m = 0,777 \text{ g}$$

A gáz moláris tömege:

$$M = \frac{m}{n} = \dots\dots\dots \text{ g/mol}$$

13. PREPARÁTUMOK: FÉMVEGYÜLETEK ELŐÁLLÍTÁSA FÉMBŐL KIINDULVA

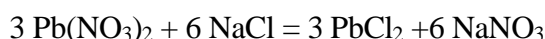
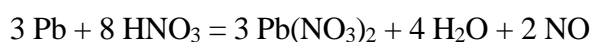
Cél

Az alapvető laboratóriumi műveletek gyakorlása, s ezzel fémvegyületek laboratóriumi előállítása egyik lehetséges módjának a megismerése

13.1. Ólom(II)-klorid előállítása

Gyakorlat

Az ólom, bár a hidrogénnél negatívabb standardpotenciálú fém, híg sósavoldatban nem oldható fel, mivel kloridja hideg vízben igen kis mértékben oldódik. Ezért fémólomból kiindulva ólom(II)-kloridot úgy készíthetünk, hogy az ólmot hígított salétromsavban oldjuk, majd az így keletkező ólom-nitrát-oldatból kloridion-tartalmú (pl. NaCl) oldattal kicsapjuk:



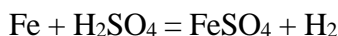
10,40 g (0,05 mol) ólmot oldjunk vízfürdőn 66,6 cm³ (a számítottnál 15%-kal több) 1:2 hígítású salétromsavban, és ha az oldat nem tiszta, - mert az ólom híg salétromsavban oldhatatlan szennyezéseket tartalmazott -, adjunk hozzá annyi desztillált vizet, hogy az oldat térfogata kb. 200 cm² legyen, melegítsük fel újra, és redős szűrőn melegen szűrjük le. 6,40 g (0,11 mol) nátrium-kloridot oldjunk annyi meleg vízben, hogy szobahőmérsékleten telített oldat keletkezzen, és öntsük az oldatot az ólom-nitrát-oldathoz. Az ólom(II)-klorid ekkor fehér, kristályos csapadék formájában kiválik. 1 óra hosszat üleptsük, majd szivassuk le szívótölcséren és mossuk kevés hideg vízzel, majd a szilárd anyagot szárítószekrényben szárítsuk.

Tulajdonságai: Fehér rombos tűkristályok. Vizes oldata enyhén savas kémhatású, kén-hidrogén tartalmú levegőn állás közben felületi PbS-képződéstől lassan megbarnul.

13.2. Vas(II)-ammónium-szulfát ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – Mohr só) előállítása

Gyakorlat

Vas(II)-ammónium-szulfát előállítása olyan oldat kristályosítása útján lehetséges, amelyben a vas(II)-szulfát (FeSO_4) és az ammónium-szulfát $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ anyagmennyiség-koncentrációja azonos. A vas(II)-szulfát-oldatot célszerű frissen készíteni, vasnak híg kénsavoldatban történő oldása útján, ugyanis a vas(II)-szulfát nagyon könnyen vas(III)-szulfáttá oxidálódik. Ha a kiindulásul használt vas(II)-szulfát vas(III)-szulfát szennyezést tartalmazott, a végtermék sem tiszta, amit színéről (sárgás kristályok) azonnal észrevehetünk.



5,60 g (0,1 mol) vasforgácsot oldjunk melegítés közben 100 cm^3 10 % (m/m)-os H_2SO_4 -ban. Az oldatot az oldatlanul maradt széntől szűrjük meg. Közben 13,20 g (0,1 mol) ammónium-szulfátot is oldjunk fel 25 cm^3 kb. $40 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékletű vízben, és vízfürdőn pároljuk be telítettséig. A két oldatot melegen elegyítsük, és tegyük el kristályosodni. A kivált zöld kristályokat *Büchner*-tölcséren szűrjük le, mossuk kevés vízzel, és szűrőpapír között szárítsuk.

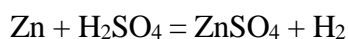
Tulajdonságai: Zöld színű, jól definiált, kristályos vas(II)só. Levegőn nem oxidálódik, kristályvizét nem veszti el.

Alkalmazása: Az analitikában permanganát-mérőoldat pontos koncentrációjának a meghatározására használják.

13.3. Cink(II)-szulfát ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) előállítása

Gyakorlat

A cink a hidrogénnél negatívabb standardpotenciálú fém, így híg kénsavoldatban hidrogénfejlődés közben oldódik.



A kapott cink-szulfát oldatból a $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ alkalmas körülmények között kikristályosítható.

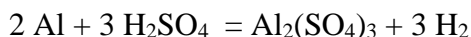
Oldjunk 3,25 g (0,05 mol) cinket kb. 200 cm^3 -es főzőpohárban $5,6 \text{ cm}^3$ tömény kénsav és 60 cm^3 víz elegyében (**a kénsav hígítását óvatosan végezzük, a kénsavat öntsük a vízbe és nem fordítva!**). A poharat oldás közben óraüveggel fedjük le, nehogy az élénken fejlődő hidrogén oldatcseppeket ragadjon magával. A cink már hidegen is oldódik, de a reakció végén az oldódás lelassul ezért melegítsük vízfürdőn. Ha az oldódás nagyon lassú, egy-két csepp reagens CuSO_4 -oldatot cseppentsünk az oldatunkhoz. A cink teljes oldódása után dobjunk az oldatba 1-2 szem cinket és hagyjuk negyedóraig állni, hogy a cinket szennyező nemesebb fémek kicementálódjanak. Ezután szűrjük az oldatot redős szűrőn és pároljuk be vízfürdőn, amíg kristályhártya jelenik meg. 1 hétre tegyük el az oldatot és hagyjuk szobahőmérsékleten kristályosodni. ($39 \text{ }^\circ\text{C}$ felett 6, $70 \text{ }^\circ\text{C}$ felett 1 mol kristályvízzel kristályosodik). A kivált kristályokat szívótölcséren szívassuk le, mossuk kevés hideg vízzel, előbb szűrőpapír között levegőn, majd egy óra hosszat exsikkátorban szárítsuk.

Tulajdonságai: Színtelen rombos kristályok, amelyek levegőn kristályvesztés következtében lassan elporladnak.

13.4. Alumínium-szulfát (Al₂(SO₄)₃·18H₂O) előállítása

Gyakorlat (Lengyel praktikum: 32.4.)

Az alumínium-szulfát (Al₂(SO₄)₃·18H₂O) előállítása céljából 10,0 cm³ tömény kénsavat csurgassunk óvatosan 100 cm³ vízbe és a kapott oldatot forraljuk fel. A lángot elvéve, a forró oldatba szórjunk kis részletekben 1,62 g (0,06 mol) alumíniumdarát vagy -forgácsot.



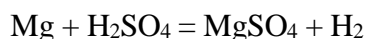
Ha már az egész alumíniumdarát pohárba adagoltuk, a poharat lefedve helyezzük vízfürdőre, hogy az összes fém feloldódjék. Ha a reakció vége felé az oldódás nagyon lassú lenne, az elegyhez adjunk 1-2 csepp 5 tömeg%-os HgCl₂-ot.

Redős szűrőn szűrjük le, a tiszta oldatot pároljuk be addig, amíg a kristályosodás meg nem indul. Az anyagot tegyük félre, néhány nap múlva a kristályos tömeget üvegbottal nyomkodjuk szét, majd szívótölcséren szűrjük le. A fennmaradt kristálypépet célszerű szívatás közben üveg dugú lapos tetejével nyomkodni, hogy az anyalúgtól minél jobban megszabadítsuk a kristályokat. Az összegyűjtött alumínium-szulfátot szűrőpapír között száríthatjuk.

13.5. Magnézium-szulfát (MgSO₄·7H₂O) előállítása

Gyakorlat

A magnézium a hidrogénnél negatívabb standardpotenciálú fém, így híg kénsavoldatban hidrogénfejlődés közben oldódik.



A kapott magnézium-szulfát oldatból a MgSO₄·7H₂O alkalmas körülmények között kikristályosítható.

Egy kb. 200 cm³-es főzőpohárban oldjunk 2,40 g (0,1 mol) magnéziumot 50 cm³ 2,0 mol/dm³ koncentrációjú kénsavoldatban. A poharat oldás közben óraüveggel fedjük le, nehogy az élénken fejlődő hidrogén oldatcseppeket ragadjon magával. A magnézium már hidegen is könnyen oldódik. A magnézium teljes oldódása szűrjük az oldatot redős szűrőn és pároljuk be vízfürdőn, amíg kristályhártya jelenik meg. 1 hétre tegyük el az oldatot és hagyjuk szobahőmérsékleten kristályosodni. A kivált kristályokat szívótölcséren szívassuk le, mossuk kevés hideg vízzel, előbb szűrőpapír között levegőn szárítsuk.

14. A REAKCIÓK SEBESSÉGÉT BEFOLYÁSOLÓ TÉNYEZŐK VIZSGÁLATA

Cél

A reakciósebességet befolyásoló tényezők közül a katalizátorok és a koncentráció hatásának vizsgálata.

Gyakorlat előtti felkészülés

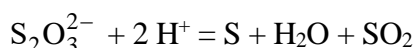
A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át (eddig középiskolai tanulmányai, az általános kémia előadás, illetve az irodalom alapján) a következőket:

- a reakciósebesség fogalma, a reakciósebességi egyenlet
- a reakció rendje, a reakció részrendje egy adott komponensre nézve
- a katalizátor és az inhibitor fogalma
- a homogén és a heterogén katalízis

A reakciósebesség függése a kiindulási anyagok koncentrációjától

Gyakorlat

A tioszulfátion ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) savas közegben az alábbi reakcióegyenlet szerint diszproporcionálódik:



a/ Hat kémcsőbe osztott pipettával mérjük be 3,0 5,0, 7,0 10,0 12,0, illetve 14,0 cm³ 0,2 mol/dm³ koncentrációjú Na₂S₂O₃-oldatot. Az első öt kémcső tartalmát desztillált vízzel egészítsük ki 14,0 cm³-re. Hat másik kémcsőbe mérjük be 6,0-6,0 cm³ 0,1 mol/dm³ koncentrációjú kénsavat. Egy-egy Na₂S₂O₃-oldatot, illetve kénsavat tartalmazó kémcső tartalmát egy mozdulattal öntsük egy-egy kis főzőpohárba vagy lombikba, az oldatot keverjük össze! **Másodpercmutatón figyeljük meg pontosan, hogy az összeöntés után mikor észlelünk zavarosodást! A mért idő értékét jegyezzük fel!**

Ábrázoljuk a tioszulfátion, koncentrációjának függvényében a mért idő reciprokát! A görbe alakja alapján állapítsuk meg, hogy hányad rendűnek adódik a reakció tioszulfátionra nézve?

A kísérleti adatokat és az ábrázoláshoz kiszámított adatokat táblázatban érdemes rögzíteni, amire példát mutat az 1. és a 2. táblázat:

1. táblázat

	1. kémcső		2. kémcső	a zavarosodásig
	$v(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ($0,2 \text{ mol/dm}^3$)	$v(\text{víz})$	H_2SO_4 ($0,1 \text{ mol/dm}^3$)	eltelt idő (s)
1.	3 cm^3	11 cm^3	6 cm^3	
2.	5 cm^3	9 cm^3	6 cm^3	
3.	7 cm^3	7 cm^3	6 cm^3	
4.	10 cm^3	4 cm^3	6 cm^3	
5.	12 cm^3	2 cm^3	6 cm^3	
6.	14 cm^3	0 cm^3	6 cm^3	

2. táblázat

	össztérfogat (cm^3)	$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$ (mol/dm^3)	$1/t$ (s^{-1})
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			
6.			

Gyakorló feladatok

1. A cink, vas, réz, alumínium és ólom fémek közül melyek oldódnak nem oxidáló savoldatokban (pl. híg sósav-oldatban)? Írja fel a reakcióegyenleteket!

2. 10,0 g ólom-kloridot akarunk előállítani (ld. a preparátum leírását). Mennyi fém ólomból ($A_{Pb} = 207,2$) salétromsavoldatból (20 % (m/m), $\rho = 1,115 \text{ g/cm}^3$) és szilárd nátrium-kloridból kell kiindulni, ha a kitermelés 65 %-os és a savoldatot 15 % feleslegben kell alkalmazni?

3. Számítsa ki az elméleti hozamot az alábbi készítendő preparátumok esetén, ha a megadott mennyiségekből indul ki! (A számításnál vegye figyelembe, hogy a reakcióegyenlet alapján keletkező só az oldatból kiválva általában kristályvizet tartalmaz!)

a/ Ólom(II)-klorid, 12,80 g fémólomból kiindulva:

b/ Vas(II)-ammónium-szulfát, 4,80 g fémvasból és 13,20 g ammónium-szulfátból kiindulva:

c/ Cink(II)-szulfát 7,22 g fémcinkből kiindulva:

d/ Alumínium-szulfát 1,37 g fémalumíniumból kiindulva:

4. Egy reakció bizonyos körülmények között 36 s alatt játszódik le, más körülmények között 72 s alatt. Melyik esetben nagyobb a reakciósebesség? Hányszor nagyobb a reakciósebesség?

Hogyan függ a reakciósebesség a reakció lejátszódásához szükséges időtől?

5. Az $A + B \rightarrow C$ folyamat reakciósebességi egyenlete $v = k \cdot [A]^x [B]^y$ formában írható fel. Ez alapján értelemszerűen töltsse ki a táblázatot:

	x	y	a részrend A-ra nézve	a részrend B-re nézve	a reakció bruttó rendje
1/	1	1
2/	2	1
3/	2	0
4/	0	1

Tegyük fel, hogy a fenti reakció esetén a B komponens koncentrációja állandó, az A koncentrációját változtatjuk, és mérjük a reakció lejátszódásához szükséges időt. Milyen görbét kapnánk az egyes esetekben, ha a koncentráció függvényében ábrázolnánk a reakciósebességet (illetve a reakció lejátszódásához szükséges idő reciprokát)?

	a részrend A-ra nézve	a függvény alakja
1/	_____	_____
2/	_____	_____
3/	_____	_____
4/	_____	_____

15. 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 vékonyréteggromatográfia alkalmazásával, másrészt a kinyert preparátumok olvadáspontjának meghatározásával történik, ezáltal lehetőség van a szerves preparatív kémiai munka újabb alapvető műveleteinek a megismerésére.

Gyakorlat előtti felkészülés

Olvassa el a Király Róbert: Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba című oktatási segédanyag vonatkozó fejezeteit

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 (vagy diklórmétánt). 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 cm^3 kloroform (vagy diklórmétán) hozzáadásával. A szerves fázist engedjük az előző lépésben kapott kloroformos (vagy diklórmétános) oldathoz, míg a visszamaradt vizes fázist egy másik főzőpohárba gyűjtjük.

16. CSAPADÉKKÉPZŐDÉSEL JÁRÓ REAKCIÓK MENNYISÉGI VISZONYAINAK TANULMÁNYOZÁSA

Cél

A folyamatos változtatás módszerének (Job módszere) alkalmazásával vízben rosszul oldódó csapadékok sztöchiometriai összetételének meghatározása.

Bevezetés

Ha két vagy több anyag reakciójával egy adott terméket állítunk elő, általában két dolgot akarunk tudni a reakcióról:

1. a keletkező termék(ek) összetételét
2. a reakció lejátszódásának a mértékét

A reakció lejátszódásának mértékét az egyensúlyi állandó fejezi ki. Csapadékképződési reakciónál az egyensúlyi állandó értéke nagyon nagy, a reakció gyakorlatilag teljesnek tekinthető.

A kémiai reakció sztöchiometriája meghatározásának egyik egyszerű módja a folyamatos variáció módszere. Ilyenkor a reagáló komponensek anyagmennyiségének összegét állandó értéken tartva azok arányát változtatjuk és valamilyen módszerrel mérjük a képződő termék anyagmennyiségét. Maximális mennyiségű anyag akkor fog képződni, ha a reaktánsok anyagmennyiségének viszonya egyezik a komponensek termékbeli arányával.

Ha két vegyület oldatának elegyítésénél jól meghatározott összetételű, kétkomponensű, kis oldékonyságú, jól ülepedő és tömörödő csapadék képződik, a fenti módszer alkalmas a csapadék mennyiségi viszonyainak a meghatározására.

Gyakorlat

A kísérlethez a csapadék két komponensét külön-külön, azonos koncentrációban (mol/dm^3) tartalmazó oldatokat kell készíteni. A két oldatot ezután különböző arányokban úgy kell elegyíteni, hogy a kapott csapadékos oldat teljes térfogata azonos legyen. (Az egyes komponensek anyagmennyiségének összege ilyenkor változatlan.) Vékony, azonos keresztmetszetű kémcsövekben végezve a kísérletet, kellő ideig történő várakozás után a leülepedő csapadék magassága jól mérhető. A csapadék magassága természetesen arányos annak a mennyiségével. Olyan arányú elegyítésnél várható a maximális csapadék mennyiség, ahol az elegyített oldatokból származó komponensek aránya éppen megfelel a csapadék összetételének.

A gyakorlaton ezzel a módszerrel két csapadékot tanulmányoznak, amelyek az $1/A$ ($0,5 \text{ mol/dm}^3$) – $1/B$ ($0,5 \text{ mol/dm}^3$), valamint $2/A$ ($0,5 \text{ mol/dm}^3$) – $2/B$ ($0,5 \text{ mol/dm}^3$) oldatok reakciójával keletkeznek. **Csak az egyik rendszer vizsgálatát végezze el!**

A munka menete a következő: Előzőleg gondosan tisztított, kis átmérőjű, külön erre a célra készített kémcsövekbe az előbb felsorolt oldatpárok első tagjából osztott pipettából a következő térfogatokat mérjük be:

1/A, illetve 2/A: 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50; 3,00; 3,50; 4,00; 4,50 cm^3

Jelöljük meg a kémcsöveket, majd az oldatpárok második tagjából olyan térfogatokat mérünk hozzá az előbbi oldatrészekhez, hogy a teljes oldattérfogat mindkét esetben $5,00 \text{ cm}^3$ legyen. (A térfogatokat tekintsük additívnak.) A kémcsöveket ezután kis dugóval zárjuk le, majd elegyítsük azok tartalmát. Az elegyítés után a dugót távolítsuk el és tegyük félre annyi időre, hogy a csapadék leülepedjen és tömörödjön (kb. fél óra - egy óra). Ülepedés után vonalzóval mérjük le a csapadék magasságokat és azokat jegyezzük fel.

A két komponens koncentrációjának (ami valójában arányos a komponensek bemért térfogatával) függvényében ábrázoljuk mm-papíron a csapadék magasságokat. (Az abszcissa tengelyen ilyenkor egymással szemben vegyük fel a két, azonos osztású koncentráció skálát. Ahol az egyik komponens koncentrációja nulla, ott a másiké maximális és fordítva. A skála közepén a két komponens koncentrációja értelemszerűen azonos.) A kapott pontokhoz húzzuk meg a legjobban illeszkedő két egyenest, és határozzuk meg azok metszéspontját. (Vegyük figyelembe, hogy a két egyenesnek az egyik, illetve a másik komponens nulla koncentrációja egy-egy biztos pontja.) **Olvassuk le a metszéspontokhoz tartozó két koncentráció értékét, és határozzuk meg azok arányát! Ez az arány adja meg a keletkező csapadék összetételét (x:y arány az A_xB_y összetételű csapadék esetén).**

A kísérleti és kiszámított adatokat áttekinthetően (pl. táblázatban) rögzítsük!

3. táblázat

kémcső sorszama	a komponensek térfogata (cm ³)		koncentrációk (mol/dm ³)		csapadék magasság (cm)
	1. komponens	2. komponens	1. komponens	2. komponens	
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					

17. AZ ABSZOLÚT HŐMÉRSÉKLETI SKÁLA NULLA PONTJÁNAK BECSLÉSE

Cél

Adott mennyiségű levegő térfogatváltozásának hőmérsékletfüggését vizsgálva nulla térfogatra való extrapolálással becsüljük az abszolút hőmérsékleti skála nulla pontját.

Bevezetés

A Gay-Lussac törvény értelmében, állandó nyomáson a tökéletes gázok térfogata lineárisan változik a hőmérséklettel függetlenül a gáz mennyiségétől és minőségétől.

$$V = a + mt$$

Különböző gázok esetén a gázok térfogatának a hőmérséklettől való függését leíró egyenesek egy közös pontban metszik egymást, ez a pont $-273,15\text{ °C}$ -nál és nulla térfogatnál van. Ez a hőmérséklet határozza meg az abszolút hőmérsékleti skála nulla pontját.

A kísérletnél állandó (légköri) nyomáson vizsgáljuk bizonyos mennyiségű levegő térfogatváltozását, a hőmérséklet függvényében. A mért adatpárokat ábrázoljuk és számítás után extrapolálással határozzuk meg az abszolút zérus hőmérséklet közelítő értékét Celsius-fokban.

Gyakorlat

30 cm hosszú, 2-3 mm belső átmérőjű, egyik végén beforrasztott üvegcsőbe, a leforrasztástól számított 10-11 cm távolságba, 4-5 mm magasságú higanycseppet juttatunk. Ezt olyan módon végezzük el, hogy az üvegcsövet gázlángban óvatosan felmelegítjük, majd a szabad végét higanyba mártjuk. A higanyszint a csőben lehűléskor kezd emelkedni. Miután 4-5 mm szintkülönbség alakult ki, a csövet óvatosan emeljük ki a higanyból és nyitott végével fordítsuk függőlegesen fölfelé. A higanycsepp a felületi feszültségből származó erőhatások következtében a csőben nem csúszik le. Egy igen vékony, hosszú kapilláris segítségével a csepp a kívánt magasságba könnyen beállítható olyan módon, hogy a kapilláris végével óvatosan a csepp alá nyúlva, szabályozzuk a csepp alatt elhelyezkedő levegő mennyiségét.

Az elkészített üvegcsövet, egy -10 °C - $+100\text{ °C}$ között használható lemezes skálájú hőmérőt és egy drótból készült keverőt dugó segítségével hosszú, kémcsőhöz hasonló alakúra kiképzett üvegedénybe helyezünk. A külső edényt felső részénél rögzítve állványra szereljük. Kb. 3 rész megtört jégből és 1 rész NaCl-ből hűtőkeveréket állítunk elő és ezzel a kísérleti edényünket kétharmadáig megtöltjük, majd behelyezzük az üvegcsövet, a hőmérőt és a keverőt. A hűtőkeveréket kevergetjük, de óvatosan, hogy a higanycsepp le ne szakadjon, az edény külső falát pedig állandóan törölgetjük, hogy jégkéreg ne képződjék és így a hőmérő állását, valamint a higanycsepp helyzetét jól láthassuk.

Amikor a hőmérséklet eléri a -5 - -10 °C -ot, olvassuk le a hőmérsékletet és mérjük meg mm pontossággal a cső alsó vége és a higanycsepp alsó része közötti távolságot egy vonalzóval, amit a külső edény mellé illesztünk. Hagyjuk, hogy a hűtőkeverék hőmérséklete állandó kevergetés közben emelkedjen, majd 0 , illetve $+20\text{ °C}$ körüli hőmérsékletnél mérjük meg ismét a higanycsepp távolságát! *Bunsen*-égővel állítsunk még be $+50$ és $+80\text{ °C}$ körüli hőmérsékletet is, és végezzük el az előbbi

mérést! (A munkát nagyon meglassítaná, ha a megadott hőmérséklet értékek pontos beállítására törekednénk, de erre nincs is szükség. Az a lényeges, hogy legalább öt összetartozó hőmérséklet - levegőoszlop magasság adatpárunk legyen és viszonylag széles hőmérséklet tartományt fogjunk át.)

A kísérleti és kiszámított adatokat áttekinthetően (pl. táblázatban) rögzítsük!

Ábrázoljuk a kapott adatpárokat mm-papíron úgy, hogy független változónak a hőmérsékletet (**t**) és függő változónak a higanycsepp alatt elhelyezkedő levegőoszlop magasságát (**I**) tekintjük. A kapott pontokhoz jó közelítéssel egy egyenest illeszthetünk, melynek egyenlete így adható meg:

$$I = m \cdot t + b \quad (m \text{ az iránytangens, } b \text{ a tengelymetszet})$$

Miután egyenesről van szó, két pontja azt már meghatározná. Azért van szükség mégis több pontra, mert mérésünk (és általában minden mérés) csak kisebb-nagyobb hibával végezhető el, s annál reálisabb eredményt kaphatunk, minél több mért pontunk van. Ilyenkor az egyenest úgy kell megrajzolnunk (illesztenünk), hogy a pontoknak az egyenestől mért távolságainak összege minimális legyen. Természetesen ilyen formán, rajzzal ez csak közelítő megoldás. A legjobban illeszkedő egyenes paramétereit számítással, az ún. "legkisebb négyzetek" módszerével lehet meghatározni. (A módszer ismertetésére a matematikai tanulmányok során fog sor kerülni.)

A leírt módon megrajzolt egyenesnek számítsuk ki az iránytangensét és a tengelymetszetét. **Értelmezzük m és b fizikai jelentését, majd határozzuk meg az abszolút zérus hőmérséklet értékét!**

Gyakorló feladatok

1. Írjon fel öt csapadékképződési reakciót, ionegyenlet formájában!

A)

B)

C)

D)

E)

2 Mi az átváltási tényező a liter és a dm^3 között?

3. Egy adott fizikai vagy kémiai mennyiség kísérleti meghatározásánál mit nevezünk abszolút és relatív hibának?

4. Egy $2,54 \text{ dm}^3$ térfogatú lombik 1 bar nyomású és $22 \text{ }^\circ\text{C}$ hőmérsékletű He gázzal van töltve. Mennyi térfogatot foglalna el ez a gáz, ha a cseppfolyós nitrogén hőmérsékletére ($-196 \text{ }^\circ\text{C}$) hűtenénk (a nyomás változatlan)?

5. Hányszorosára változik egy adott térfogatú gáz térfogata, ha azt a Föld felszínéről ($t=15\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p=1\text{ bar}$) a sztatoszféra juttatjuk ($t=-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p=0,001\text{ bar}$)?

6. Egy gáz által állandó nyomáson elfoglalt térfogat lineáris függést mutat a Celsius fokban mért hőmérsékletével, de nem egyenesen arányos azzal. A kelvinekben mért hőmérsékletével viszont egyenesen arányos. Mi a különbség a lineáris összefüggés és az egyenes arányosság között? Írja fel a két függvénykapcsolatot!

18. CSAPADÉKKÉPZŐDÉSSEL ÉS GÁZFEJLŐDÉSSEL JÁRÓ REAKCIÓK TANULMÁNYOZÁSA

Cél

Kémcsőkísérletek végzése a legegyszerűbb kísérleteken keresztül, a legalapvetőbb anyagismeret megszerzése, alapvető reakcióegyenletek felírása, rendezése

Bevezetés

Az erős bázisok (pl. nátrium- vagy kálium-hidroxid) számos fémion oldatából különböző és jellegzetes színű hidroxid csapadékot választanak le. Ezen a csapadékok egy része a lúgoldat feleslegében hidroxó-komplex képződése közben feloldódik. A vizsgált fémionok közül az Pb(II), az Al(III), a Zn(II) és a Cr(III) hidroxó-komplexet képez, amelyben a koordinációs szám 4.

A Cr(III), Mn(II), Fe(II), Fe(III), Co(II), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II), Pb(II) és Al(III)-ionok vizes oldatából ammónium-ionok távollétében ammónia-oldattal is leválaszthatjuk a megfelelő hidroxidokat. Kivétel a Cu(OH)₂ és a Co(OH)₂, mert kobalt(II)-klorid esetén Co(OH)Cl, réz(II)-szulfát esetén pedig Cu₂(OH)₂SO₄ képződik.

Nem oxidáló savakban a negatív standardpotenciálú fémek hidrogénfejlődés közben oldódnak, míg a pozitív standardpotenciálú fémeket csak az oxidáló savak (pl. tömény salétromsav, tömény forró kénsav) képes feloldani nitrogén-dioxid, illetve kén-dioxid fejlődése mellett. Ugyanakkor a legkisebb standardpotenciálú fémek (alumínium, cink) erős lúgokban is oldódik hidrogénfejlődés közben és emellett a fémion tetrahidroxó komplexe képződik.

Gyakorlat

a/ Tegyük kémcsövekbe kb. fél cm³ reagens króm(III)-, mangán(II)-, vas(II)-, vas(III)-, kobalt(II)-, nikkell(II)-, réz(II)-, cink(II)-, kadmium(II), ólom(II) és alumínium(III)-ionokat tartalmazó oldatot. Adjunk mindegyikhez cseppenként reagens (2 mol/dm³) nátrium-hidroxid-oldatot addig, amíg az újabb csepre már nem válik le csapadék. Ezután adjunk a csapadékos oldatokhoz feleslegben nátrium-hidroxid-oldatot. **Jegyezzük fel a csapadékok színét, külső megjelenési formáját és azt, hogy mely csapadékok oldódtak nátrium-hidroxid-fölöslegben!**

b/ Ismételjük meg a kísérletet cseppenként adagolt reagens (2 mol/dm³) ammónia-oldattal is!

Valamennyi esetben írjuk fel a csapadékképződési és komplexképződési folyamatok egyenleteit!

c/ Kémcsövekbe helyezett kis darab alumínium, vas, réz és cink forgácsra öntsünk reagens (2 mol/dm³) sósavoldatot. Ha nem tapasztalunk semmit, melegítsük az oldatot! **Hasonlítsuk össze a hidrogénfejlődés mértékét!**

d/ Kémcsövekbe helyezett kis darab a réz forgácsra öntsünk tömény (60-63 %(m/m)-os) salétromsavoldatot. Ha hidegen nem mutatkozik változás, óvatosan, fülke alatt melegítsük fel az oldatot! **Jegyezzük fel észleléseinket!**

e/ Kémcsövekbe helyezett kis darab alumínium, vas, réz és cink forgácsra öntsünk reagens (2 mol/dm³) nátrium-hidroxid-oldatot. Ha hidegen nem mutatkozik változás, óvatosan, fülke alatt melegítsük fel az oldatot! **Jegyezzük fel észleléseinket!**

Valamennyi esetben írjuk fel a lejátszódó folyamatok egyenleteit!

f/ Kevés kalcium-karbonátra öntsünk reagens sósavoldatot! **Figyeljük meg a változást és írjuk fel a reakcióegyenletet!**

Foglalja össze táblázatban a kísérletek alapján a vizsgált átmenetifémionok hidroxidjainak, hidroxo- és amminkomplexeinek az összetételét és színét!

4. táblázat

átmenetifémion	hidroxid (színe, összetétele)	hidroxokomplex (színe, összetétele)	amminkomplex (színe, összetétele)
króm(III)			
mangán(II)		—	—
vas(II)		—	—
vas(III)		—	—
kobalt(II)		—	—
nikkel(II)		—	
réz(II)		—	
cink(II)			
kadmium(II)		—	
ólom(II)			—
alumínium(III)			—

19. ELEKTROKÉMIA

Cél

Elektronátmenettel járó reakciók tanulmányozása, a reakciók irányának megbecsülése a standardpotenciálok alapján. Egyszerű elektrolizáló cella, illetve galvancia összeállítása, a kétféle cellában lejátszódó folyamatok tanulmányozása.

Gyakorlat előtti felkészülés

A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át (eddig középiskolai tanulmányai, az általános kémia előadás, illetve az irodalom alapján) a következőket:

- az elektródpotenciál és a standardpotenciál fogalma
- a Nernst egyenlet, az elektródpotenciál számítása a Nernst egyenlet alapján
- a redoxifolyamatok irányának becslése a standardpotenciál ismeretében
- az elektromotoros erő fogalma, kiszámítása
- a galvancia és az elektrolizáló cella felépítése, működése
- elektrolíziskor az ionok leválási sorrendjét meghatározó tényezők

Bevezetés

Az elektród-, illetve redoxipotenciálok ismerete kémiai szempontból azért fontos, mert segítségükkel a különböző rendszerek oxidáló és redukáló képessége kvitatíve jellemezhető, az oxidációs - redukációs folyamatok irányáról előre lehet tájékozódni. Minél negatívabb egy rendszer standard-redoxipotenciálja, annál erélyesebben redukál, minél pozitívabb, annál erélyesebben oxidál, ha a koncentrációviszonyok azonosak.

A standardpotenciál értékek jól használhatók annak megállapítására, hogy két anyag között létrejöh-e elektronvándorlás. A standardpotenciálok alapján azonban csak a reakció lejátszódásának termodinamikai szempontból való vizsgálata végezhető el. Előfordulhat, hogy a standardpotenciálok alapján egy reakciónak le kellene játszódnia (a folyamat szabadentalpia csökkenéssel jár), de kinetikailag gátolt, és ezért mégsem megy végbe. Ha az ilyen - a valós rendszerekben egyébként elég gyakori zavaró körülményektől eltekintünk - a standardpotenciálok alapján jól tájékozódhatunk az oxidációs - redukációs folyamatok bekövetkezéséről és irányáról. Azt az általános szabályt kell szem előtt tartani, hogy a pozitívabb potenciálú (1) redoxi rendszer oxidált alakban levő formája (**ox₁**) a negatívabb potenciálú (2) rendszer redukált alakban levő formáját (**red₂**) mindig oxidálni tudja:



Az oxidáció és redukció addig folyik, amíg az oxidált és redukált anyagok koncentrációviszonyai azonos redoxipotenciált nem alakítanak ki.

19.1. A standardpotenciál táblázat alapján értelmezhető reakciók

Gyakorlat

a/ Öntsünk 3 kémcsőbe 5-6 cm³ réz(II)-szulfát-oldatot! Az egyik kémcsőbe mártsunk cinklemezt, a másikba vaslemezt! A cink- és vaslemez felületét előzetesen tisztítsuk meg alaposan csiszolópapírral. Emeljük ki az oldatból a lemezeket és figyeljük meg a változást! Helyezzük vissza a lemezeket az oldatba és huzamosabb idő múlva is nézzük meg őket! Hasonlítsuk össze az eredeti réz-szulfát-oldatot azokkal az oldatokkal, amelyekben sokáig állt a cink-, illetve a vaslemez!

b/ Gondosan megtisztított rézlemezt mártsunk néhány percre higany(II)-klorid-oldatba, majd öblítsük le vízzel és töröljük meg szűrőpapírral! Figyeljük meg a változást!

c/ Öntsünk egy-egy kémcsőbe fél cm³ kálium-bromid-oldatot, egy másik kémcsőbe fél cm³ kálium-jodid oldatot, majd mindkét kémcsőbe kb. 1 cm³ kloroformot (**mindkét oldószer mérgező, fülke alatt dolgozzunk**). Adjunk a két oldathoz cseppenként klórosvizet, minden részlet hozzáadása után alaposan rázzuk össze az elegyet, és figyeljük a kémcső alján összegyűlő szerves fázis színét.

A kísérletet végezzük el úgy is, hogy kálium-jodid oldatba kloroform jelenlétében brómosvizet adagolunk cseppenként rázogatás közben. **Figyeljük a szerves fázis színét!**

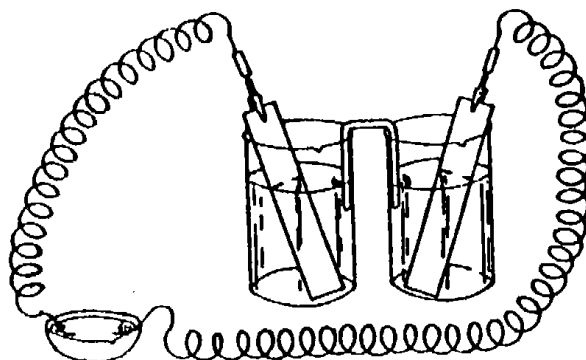
A kísérlet befejezése után a kloroformot tartalmazó kémcsövek tartalmát nem szabad a csapba önteni, hanem a halogéntartalmú oldószereket tartalmazó gyűjtőedénybe kell önteni!

19.2. Daniell-elem összeállítása

Gyakorlat

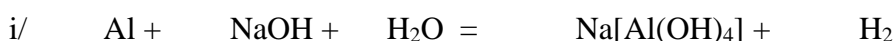
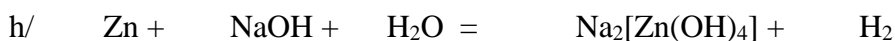
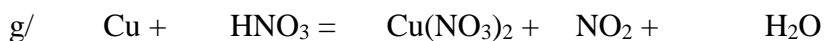
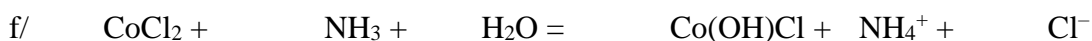
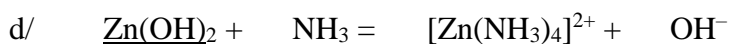
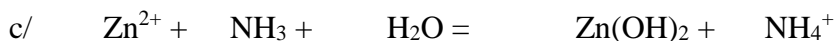
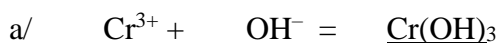
Öntsünk mérőhengerből két kis főzőpohárba 50-50 cm³ 1 mol/dm³ koncentrációjú CuSO₄, illetve ZnSO₄-oldatot. Mártsunk a cink-szulfát-oldatba cinklemezt, a réz-szulfát-oldatba rézlemezt. A két oldatot kössük össze kálium-kloridos agar-agar kocsonyát tartalmazó csővel. Az összeállított elem fémlapjaihoz kapcsoljunk rézdrótot. A rézdrótokat mártsuk porcelán tálban levő, néhány csepp fenolftaleint tartalmazó nátrium-szulfát- vagy nátrium-klorid oldatba. **Figyeljük meg a változást!**

Az összeállítandó berendezés rajza:

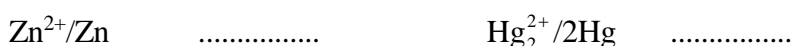


Gyakorló feladatok

1. Egészítse ki a következő reakcióegyenleteket!



2. Mennyi a következő rendszerek standardpotenciálja?



3. A standardpotenciál értékek alapján a fenti fémek közül melyik oldódik fel híg sósavban ($0,2 \text{ mol/dm}^3$)? Írja fel az oldódás egyenletét is!

4. Állapítsuk meg, hogy melyik esetben megy végbe (számottevő mértékben) reakció az alábbiak közül:
- ólom(II)-nitrát-oldatba cinklemez mártunk
 - cink-nitrát-oldatba ólomlemez mártunk!

4. Állapítsuk meg, hogy melyik esetben megy végbe (számottevő mértékben) reakció az alábbiak közül:
- ezüst-nitrát-oldatba mártunk rézlemez
 - réz(II)-nitrát-oldatba mártunk ezüstlemez!

Az egyik edényben a lemez tömege bizonyos idő alatt 3,05 g-mal változott. Nőtt vagy csökkent a lemez tömege? Hány mol ion cserélődött ki ezalatt?

5. Középiskolai tanulmányai során milyen ipari folyamatoknál találkozott oldat-, illetve olvadék-elektrolízissel? Írjon egy-egy példát! Írja fel a végbemenő folyamat egyenleteit, illetve az elektrolízis körülményeit is!

20. SÓOLDATOK KÉMHAJTÁSA; SÓK HIDROLÍZISE

Cél

Különböző ionos és kovalens jellegű vegyületek viselkedésének vizsgálata vizes oldatban illetve vízzel való kölcsönhatás során, s ezáltal a Brönsted-féle sav-bázis fogalom elmélyítése, valamint a sav-bázis és hidrolitikus folyamatok közötti különbségtétel.

Gyakorlat előtti felkészülés

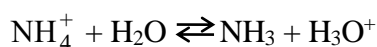
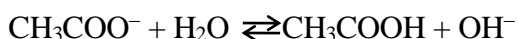
A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át (eddiggi középiskolai tanulmányai, az általános kémia előadás, illetve az irodalom alapján) a következőket:

- a Brönsted féle savak és bázisok fogalma
- pH számítás gyenge savak, gyenge bázisok (gyenge sav-erős bázis sója és erős sav-gyenge bázis sója) vizes oldatában

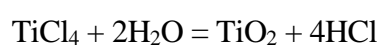
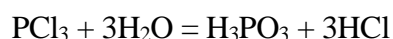
Bevezetés

A régebbi szóhasználatban általánosan a vegyületek vízzel való kölcsönhatását tekintettük hidrolízisnek, függetlenül attól, hogy a gyengén disszociáló vízzel vagy a belőle származó ionokkal jön létre a kölcsönhatás és ennek eredményeként milyen ionok, illetve molekulák képződnek. Ugyanúgy hidrolízisnek tekintették az ionos jellegű nátrium-acetátnak, mint a kovalens foszfor-triklorid molekulának a vízzel való reakcióját. Az első reakcióban a nátrium-acetát teljes disszociációját követően az acetátió és a víz között protonmegoszlás játszódik le, míg a második esetben, a víz disszociációjából származó OH⁻ ionok a foszforral kovalens kötésű molekulákat alakítanak ki. Ennek megfelelően ma az első esetet a Brönsted féle sav-bázis reakciók csoportjába soroljuk, és csupán a második esetet tekintjük hidrolitikus folyamatnak.

sav-bázis reakciók



hidrolízis



Ugyanakkor a poláris kovalens kötést tartalmazó fém sók (pl. vízmentes AlCl₃, FeCl₃) vízzel való kölcsönhatásakor a kötések felszakadnak, és a molekulák disszociálnak, miközben hidratált ionok keletkeznek. A kristályvizes sók esetén a kötés ionos jellegű, és a rácspontokban hidratált ionok vannak. Azonban egyes (különösen a nagy felületi töltéssűrűségű, elsősorban +3, +4 töltésű) hidratált fémionokban a koordinált vízmolekulák nagymértékben polarizáltak, így ezek a hidratált fémionok Brönsted savként viselkednek a következő egyensúlyi folyamatnak megfelelően:



(Természetesen ez a folyamat a keletkező H₃O⁺ ionok elvonásával a felső nyíl irányába eltolható, sőt további vízmolekulák deprotonálódása is végbemegy, s megfelelően nagy pH-n az M(OH)₃ hidroxid csapadék megjelenik.)

Megjegyezni kívánjuk, hogy a víz részvételével lejátszódó protonmegoszlási és hidrolitikus reakciók között nincsen éles határvonal, és nem is mindig olyan egyszerű a reakció típusának meghatározása, mint a fent említett esetekben.

Gyakorlat

a/ Készítsünk egy-egy kémcsőbe oldatot az alábbi vegyületek egy-két kristályából és kb. 2 cm³ vízből: *kálium-klorid, ammónium-klorid, alumínium-szulfát, vas(III)-klorid, antimon(III)-klorid, nátrium-karbonát*. (Megjegyzés: a szilárd antimon(III)-klorid állás közben elfolyósodhat, az oldatot egy-két csepp ilyen folyadékból is készíthetjük!) Egy külön kémcsőbe tegyünk kb. 2 cm³ desztillált vizet. Az oldatokból (csapadék kiválás esetén a vizes fázisból), 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.

b/ Az antimon(III)-klorid vizes szuszpenziójához (a csapadék SbOCl) adjunk a csapadék feloldódásáig cseppenként tömény sósavat, majd ismét vizet.

21. PUFFEROLDATOK VIZSGÁLATA

Cél

A pufferrendszer, pufferkapacitás fogalmának elmélyítése egy konkrét pufferrendszer vizsgálata során.

Gyakorlat előtti felkészülés

A gyakorlat elvégzéséhez, értelmezéséhez gondolja át (eddiggi középiskolai tanulmányai, az általános kémia előadás, illetve az irodalom alapján) a következőket:

- pH fogalma
- pufferrendszer fogalma
- pufferkapacitás fogalma
- pH-számítás pufferrendszerekben

21.1. Ecetsav/nátrium-acetát pufferoldat vizsgálata

Gyakorlat

Négy kémcsőbe készítsük el az alábbi oldatokat:

1. kémcső	5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ koncentrációjú ecetsav-oldat +5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ nátrium-acetát-oldat + 1-2 csepp metilnarancs
2. kémcső	10,00 cm ³ desztillált víz + 1-2 csepp metilnarancs
3. kémcső	5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ koncentrációjú ecetsav-oldat +5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ nátrium-acetát-oldat + 3 csepp fenolftalein
4. kémcső	10,00 cm ³ desztillált víz + 3 csepp fenolftalein

Osztott pipettából adjunk az első két kémcső tartalmához cseppenként reagens sósavoldatot, míg az indikátor savas kémhatást nem mutat. *(A metilnarancs savas tartományban vörös, lúgos tartományban sárga színt mutató indikátor, átmeneti színe narancssárga, hagymaszínű, átcsapási tartománya pH: 3,5-5).* **Jegyezzük fel a két esetben felhasznált sósavoldat mennyiségét!**

Osztott pipettából adjunk a 3. és 4. kémcső tartalmához cseppenként reagens nátrium-hidroxid-oldatot, amíg az indikátor bázikus kémhatást nem mutat. *(savas közegben színtelen, lúgos közegben ibolyásvörös, átcsapási tartománya 8,2-10,0).* **Jegyezzük fel a két esetben felhasznált nátrium-hidroxid-oldat mennyiségét!**

A kémcsővekben levő minták összetételét és a mért adatokat áttekinthetően (pl. táblázatban, ld. 5. táblázat) rögzítsük!

21.2. Ammónia/ammónium-klorid pufferoldat vizsgálata

Gyakorlat

Négy kémcsőbe készítsük el az alábbi oldatokat:

1. kémcső	5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ koncentrációjú ammónia-oldat +5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ ammónium-klorid-oldat + 1-2 csepp metilnarancs
2. kémcső	10,00 cm ³ desztillált víz + 1-2 csepp metilnarancs
3. kémcső	5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ koncentrációjú ammónia-oldat +5,00 cm ³ 1,0 mol/dm ³ ammónium-klorid-oldat + 4 csepp timolftalein
4. kémcső	10,00 cm ³ desztillált víz + 4 csepp timolftalein

Osztott pipettából adjunk az első két kémcső tartalmához cseppenként reagens sósavoldatot, míg az indikátor savas kémhatást nem mutat. *(A metilnarancs savas tartományban vörös, lúgos tartományban sárga színt mutató indikátor, átmeneti színe narancssárga, hagymaszínű, átcsapási tartománya pH: 3,5-5).* **Jegyezzük fel a két esetben felhasznált sósavoldat mennyiségét!**

Osztott pipettából adjunk a 3. és 4. kémcső tartalmához cseppenként reagens nátrium-hidroxid-oldatot, amíg az indikátor bázikus kémhatást nem mutat. *(A timolftalein savas közegben színtelen, lúgos közegben kék, átcsapási tartománya 9,3-10,6).* **Jegyezzük fel a két esetben felhasznált nátrium-hidroxid-oldat mennyiségét!**

A kémcsövekben levő minták összetételét és a mért adatokat áttekinthetően (pl. táblázatban) rögzítsük!

5. táblázat

	pufferoldat (1. kémcső)	víz (2. kémcső)	pufferoldat (3. kémcső)	víz (4. kémcső)
a vizsgált minta összetétele				
indikátor				
indikátor színe (kiinduláskor)				
hozzáadott mol/dm ³ HCl (cm ³)			—	—
hozzáadott mol/dm ³ NaOH-oldat (cm ³)	—	—		
indikátor színe				

Gyakorló feladatok

1. Mit nevezünk pufferoldatnak?

2 Mennyi annak az ecetsav/nátrium-acetát oldatnak a pH-ja, amelyben a $c_{\text{CH}_3\text{COOH}} = c_{\text{CH}_3\text{COONa}} = 1,00 \text{ mol/dm}^3$ ($K_s(\text{ecetsav}) = 1,86 \cdot 10^{-5}$)?

3. Mennyi annak az ammónia/ammónium-klorid oldatnak a pH-ja, amelyben a $c_{\text{NH}_3} = c_{\text{NH}_4\text{Cl}} = 0,50 \text{ mol/dm}^3$ ($K_b(\text{ammónia}) = 1,75 \cdot 10^{-5}$)?

4. Mennyi elméletileg a $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú NaCl-oldat, illetve a desztillált víz pH-ja? Egyezik-e ezzel a kísérleti eredmény? Ha nem, akkor mi okozhatja az eltérést?

5. Írja fel $\text{CH}_3\text{COOH} - \text{CH}_3\text{COO}^-$, illetve az $\text{NH}_4^+ - \text{NH}_3$ konjugált sav-bázis párra vonatkozó sav-bázis reakciókat (vizes oldatban)! Írja fel mindkét esetben az egyensúlyi savi, illetve bázisállandót! Mi a kapcsolat egy konjugált sav-bázis párra felírt savi-, illetve bázisállandó között?