

BEVEZETÉS A LABORATÓRIUMI GYAKORLATBA

Oktatási segédanyag

Összeállította: Király Róbert

Debreceni Egyetem, Természettudományi Kar,

Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

DEBRECEN, 2006

Bevezetés

Ez az összeállítás olyan BSc képzésben részt vevő hallgatók számára készült, akiknek szükségük van/lehet kémiai laboratóriumi alapismeretekre. Minden ilyen gyakorlatnak azt a címet lehetne adni, hogy „Bevezetés a laboratóriumi gyakorlatba”, ugyanis alapszinten alig különbözik egymástól egy kémiai, biológiai, fizikai vagy geológiai laboratórium. Az alapvető eszközöket ugyanúgy használja egy vegyész, egy biológus, egy fizikus vagy egy geológus. Az alapvető laboratóriumi műveleteken kívül – ahol ezeket az alapvető eszközöket is használjuk – a laboratóriumi alapméréseket is fontos megismernie egy leendő szakembernek. Tömeg-, térfogat- és sűrűségmérésre pl. minden laboratóriumban szükség lehet. Akármennyire is nem szeretjük általában az adminisztrációt, a laboratóriumokban erre is feltétlenül szükség van. A munka tapasztalatainak, méréseink eredményének pontos, egyértelmű írásos rögzítése azért fontos, mert egyrészt ezeket az eredményeket általában mások is használják, alkalmazzák, vagy éppen mi magunk fogunk velük dolgozni, – esetleg évek múlva – amikor a munka részletei már feledésbe merültek. Az említett írásos anyag a laboratóriumi jegyzőkönyv, amely vezetésének alapjait is célszerű minél hamarabb megismerni.

A laboratóriumi munkáról sokat lehet olvasni, a kísérletek, mérések elméleti hátterét különböző szakkönyvekből meg lehet (meg is kell) ismerni, a gyakorlati tevékenységet viszont művelni kell. Igyekezzünk ezért, hogy a gyakorlat során a műveleteket magunk végezzük el, gyakoroljuk azt a tevékenységet, ami nehezebben megy. A gyakorlat időtartama meglehetősen kevés, így érthető, hogy tökéletes begyakorlásra itt sajnos nincs lehetőség. Igyekezzünk jól megfigyelni a bemutatott műveleteket, igyekezzünk mindig szabályosan elvégezni azokat. Az igazi begyakorlásra tulajdonképpen kinek-kinek majd akkor lesz lehetősége, amikor végzés után elhelyezkedik, és az adott laboratóriumban felmerülő feladatokat kell elvégeznie és az ottani előírásoknak, szabályoknak megfelelően kell jegyzőkönyvet vezetnie. Ha majd a leendő munkahelyen ráismerünk az itt tanult alapvető szabályokra, vagy mint laboratóriumvezetők éppen mi alakítjuk ki egy új helyen az itt tanultak szerint a munkarendet, akkor a gyakorlat elérte célját.

A laboratóriumban végzett manuális tevékenység mellett nagyon fontos az is, hogy a munkánkhoz használt adatokat ki tudjuk választani, bizonyos adatok alapján tudjunk számolni. Az alapvető laboratóriumi számítások is a laboratóriumi munka szerves részét képezik (számítások a kémiai egyenletek alapján, az oldatkészítéssel kapcsolatban, egyszerűbb számítások a pH-ra és a gázokra vonatkozóan). A laboratóriumi számítások megbeszélésére, gyakorlására alkalmasabbak a tantermek, ezért erre a munkára szemináriumok keretében kerül sor, térben és időben elhatárolva a laboratóriumi gyakorlattól, de ez utóbbinak szerves részét képezve. Az időben való elhatároltság azt jelenti, az aktuális szeminárium mindig megelőzi a gyakorlatot, így a számításokon kívül az adott gyakorlat fontos részleteit, problémáit is meg lehet beszélni. A szemináriumi munkát a programban megadott példatár is segíti.

A gyakorlatok, szemináriumok részletes programját, idő- és helybeosztását az első foglalkozáson mindenki megismeri.

1. A laboratóriumi munka általános szabályai

Nagyon általános szabályokat a laboratóriumi munkára vonatkozóan azért nehéz adni, mert a munkaszabályok nagyon függenek az adott laboratóriumra vonatkozó hivatalos előírásoktól, a laboratórium berendezéseitől, a felszereltségtől. Az akár munkahelyen, akár hallgatói laboratóriumban betartandó szabályok az alábbiakban foglalhatók össze.

Mindig átgondoltan végezzük munkánkat. Ez azt jelenti, hogy egy feladat, egy kísérlet megkezdése előtt elméletileg készülünk fel, és a gyakorlati vonatkozásokat is gondoljuk át: milyen anyagokkal, milyen edényekben, milyen körülmények között fogunk dolgozni, és milyen eredményt várunk? Különösen az utolsó kérdés meglepőnek tűnhet, hiszen azért végzünk el egy munkát, hogy olyan eredményt kapjunk, amit még nem ismerünk. Pontosabban fogalmazva azonban arról van szó, hogy ha jól dolgozik valaki a laboratóriumban, akkor valamilyen kérdésére, feltételezésére kap pozitív vagy negatív eredményt. Ehhez a „kérdést fel kell tenni”, azaz úgy kell megtervezni, összeállítani a kísérleti berendezést és a méréseket, hogy az azok által kapott „válasz” értékelhető legyen.

A laboratóriumban a vizet bizonyos értelemben tekintjük vegyszernek, amitől elvárjuk a tisztaságot (lásd még később is), tehát használjunk desztillált vagy ioncserélt vizet. Csapvizet csak mosogatóshoz és vízfürdőben használunk. Még mosogató után is, a csapvizes öblítést követően desztillát vízzel öblítsük át a kitisztított edényünket, hiszen a csapvíz kémiai értelemben híg oldat, aminek jelenléte sok zavart okozhat munkánk során.

A munkához használt összes eszközt készítsük elő a munka megkezdése előtt, de a munkaasztalon csak a legszükségesebb eszközök legyenek. Könyveket, füzeteket ne hagyjunk kint, viszont mindig legyen ott a laboratóriumi jegyzőkönyv. A jegyzőkönyv mindig „élőben” készül, nem apró papírokra írogatunk, amit később majd átírunk a jegyzőkönyvbe.

Jegyzőkönyvet kézzel szokás írni éppen azért, mert a helyszínen, a laborasztalon készítjük. Eredményeket összefoglaló, végső, értékelő leírást természetesen már írhatunk számítógéppel, sőt azokat már csakis így célszerű készíteni. A mérési eredményeink feldolgozásához ma már általában nélkülözhetetlen a számítógép. Előfordul, hogy a mérőműszerünk „online” üzemmódban azonnal adathordozóra rögzíti

a mérési eredményeket. Ilyenkor ne felejtjük el megadni a jegyzőkönyvben a műszer beállított paramétereit, a mérési körülményeket, illetve a rögzített adatok hozzáférhetőségét (Az anyagot melyik számítógépen tároltuk, archiváltuk-e és hol?). Ha kézzel írunk be mért adatokat a jegyzőkönyvbe, akkor ezek mindig ún. primer adatok legyenek. Ha az értékelés, számolás során valami hibát fedezünk fel, a primer adatok hiányában sokszor nehéz, vagy éppen lehetetlen kideríteni a hiba okát!

A laboratóriumi munkához sok részletet kell még tudni, amiről általánosságban nem érdemes említést tenni. Az aktuális hallgatói laboratóriumra, a végzendő feladatokra vonatkozó tudnivalókat a gyakorlat megkezdése előtt a gyakorlatvezetők ismertetik. Általánosságban a mérési feladatokat érdemes még részletesebben tárgyalni.

Egy összetett feladatnál, még ha többféle mérést is végzünk, egy adott esetben csak néhány mennyiséggel találkozunk. Leggyakrabban tömeget, térfogatot, hőmérsékletet, nyomást, időt stb. mérünk, és megfelelő összefüggések (képletek) felhasználásával számítjuk ezekből a kérdéses mennyiséget. Nem mindegy, hogy a kapott eredményt milyen pontossággal adjuk meg. Mit jelent egyáltalán **az eredmény pontossága**? Érdekes módon a pontosságot valójában az adatok, az **eredmények hibájával** juttatjuk kifejezésre.

Ismeretes, hogy tökéletesen pontosan (hiba nélkül) nem tudunk mérni. Ennek az oka, hogy mérőeszközünknek, érzékszerveinknek van egy bizonyos teljesítőképessége, amit nem tudunk túllépni. Ezeket a tényezőket a mérés körülményei is kiegészítik. Ezeket a hibákat akaratunk ellenére véletlenül követjük el, ebből ered az elnevezés: „véletlen hiba”. Általános szabály, hogy egy mennyiséget mindig úgy kell megadni, hogy a mérőszáma utolsó jegye az legyen amelyikben már eltérés mutatkozik, ha összehasonlítjuk a párhuzamos eredményeket. Példaként, az egyszerűség kedvéért tekintsünk 3 térfogat adatot, amelyek ugyanannak a mennyiségnek 3 párhuzamos mérésére vonatkoznak:

- 1.) $6,21 \text{ cm}^3$
- 2.) $6,27 \text{ cm}^3$
- 3.) $6,23 \text{ cm}^3$.

Nem tudjuk megmondani, hogy melyik eredmény a „legjobb”, biztos, hogy mindegyik hibával terhelt. A mérési eredmények és hibák tudományos kezelésének komoly matematikai háttere van. A mindennapi gyakorlatban ezek részletes tanulmányozására ritkán van szükség. Elég, ha megjegyezzük, hogy egy adott mennyiség párhuzamos mérési eredményeinek az átlaga áll legközelebb a valódi értékhez. Az előbbi esetre

vonatkoztatva ez az átlag: $6,236666667 \text{ cm}^3$, a számológép ezt az értéket jelzi ki. Értelmetlen lenne az eredményt így megadni, hiszen egyértelmű, hogy már a második tizedes jegyben is eltérést mutatnak a párhuzamos eredmények. Ilyenkor tehát ennek megfelelően kerekítjük az eredményt: $6,24 \text{ cm}^3$ -re. Hibát követünk el akkor is, ha az erdményt $6,2 \text{ cm}^3$ -ként adjuk meg, mert ennél az eredményünk pontosabb. Minél több párhuzamos mérési eredményt átlagolunk, annál pontosabban megközelíti a valódi értéket, de soha nem adjuk meg ezt pontosabban, mint amilyen ingadozást mutatnak a párhuzamos mérések.

Ha utalni akarunk **méréseink hibájára**, a végeredmény mellett megadjuk az ún. **átlagos abszolút hibát**. Az egyes mérések abszolút hibája a mért adatok és az átlagérték különbsége. Esetünkben ezek:

1.) $- 0,03 \text{ cm}^3$

2.) $+ 0,03 \text{ cm}^3$

3.) $+ 0,01 \text{ cm}^3$.

Az előjel nélküli abszolút hibák átlagértéke a már említett átlagos abszolút hiba. Esetünkben ez $\pm 0,02 \text{ cm}^3$. A kettős előjel azt jelenti, hogy ezt az átlagos hibát mindkét irányban elkövethetjük. A **relatív átlagos hiba** (vagy röviden relatív hiba) a megadott mennyiség nagyságától függetlenül jellemzi a mérésünk pontosságát (hibáját), kiszámítása:

$$(\text{átlagos relatív hiba}) = [(\text{abszolút átlagos hiba}) / (\text{a mért adatok átlagértéke})] \cdot 100 \%$$

$$\text{Esetünkben: } (0,02/6,24) \cdot 100 \% = \pm 0,32 \%$$

Az eredmény szerint, ha 960 cm^3 térfogatot mérünk ugyanilyen hibával, akkor már átlagosan $\pm 3 \text{ cm}^3$ abszolút hiba is lehet méréseinknél. Itt tehát a tizedes jegy nélküli eredmény megfelelő. Jól látszik, hogy egy eredmény pontosságát nem az jelenti, hogy hány tizedes jegyet adunk meg, hanem az, hogy hány ún. „értékes jegyet”. Egy szám annyi értékes jegyű, ahány számkaraktert tartalmaz balról jobbra számolva. A bal oldalon (elől) álló nullá(k) nem számítanak értékes jegynek, de a szám végén álló nullá(k) igen! A $6,24 \text{ cm}^3$ és a 960 cm^3 tehát azonos pontossággal (3 értékes számjeggyel) megadott mennyiségek.

Az elmondottak megvilágítására még néhány példa:

mérőszám megadása	értékes számjegyek száma	átlagos relatív hiba* (\pm) %
6812	4	0,10
0,6812	4	0,10
0,06812	4	0,10
0,068	2	10,3
6812,00	6	0,001
6812,0	5	0,01

*Az átlagos relatív hiba számolásánál feltételeztük, hogy a megadott mérőszám utolsó jegyében ± 7 eltérés lehet

A táblázatból jól látszik, hogy azonos pontosság azonos értékes számjegy megadását jelenti, és nem azonos tizedes jegyet. Jól látszik az is, hogy a 4 értékes számjegy megadása tizedszázalékos hibának felel meg. A klasszikus kémiai analitikai pontosság is néhány tizedszázalék, ezért a kémiai (analitikai) gyakorlatban általános, hogy 4 értékes jeggyel adjuk meg az eredményeket.

2. Laboratóriumi munkavédelmi és tűzvédelmi szabályok

A közhiedelemmel ellentétben a laboratórium sem veszélyesebb munkahely, mint sok másik, csak bizonyos szabályokat, előírásokat szigorúan be kell tartani. A legegyszerűbb szabály az, hogy a balesetet meg kell előzni, előre kell felmérni az esetleges veszélyhelyzeteket. Természetes, hogy azzal is tökéletesen tisztában kell lennünk, hogy mit tegyünk, ha bekövetkezett a baleset! Ennek a kettős feladatnak a szellemében tekintjük át a legfontosabb szabályokat.

A laboratóriumi sérülések általában ún. komplex sérülések, ami azt jelenti, hogy pl. egy hibásan összeszerelt készülékben melegítés közben túlnyomás alakul ki, és a berendezés szétrobban. A szétrepülő üvegszilánkok mechanikai sérüléseket okoznak, a szétfröccsenő vegyszer veszélyezteti szemünket, bőrünket, a forró anyag égési sérülést okoz. Általában sérülés-típusonként tárgyalják az előírásokat, de itt a laboratóriumi munka folyamatában tekintjük át a legfontosabb szabályokat: Mit tehetünk a balesetek megelőzése érdekében még a munka megkezdése előtt, milyen személyes védőeszközöket és hogyan célszerű használni, hogyan kezdjük a munkához, a

különbéféle tevékenységek közben melyek a legfontosabb óvó-rendszabályok? Az áttekintést olyan résszel zárjuk, ahol a sajnálatos módon bekövetkezett baleset esetén szükséges teendőkről lesz szó.

A laboratóriumba csak a feltétlenül szükséges eszközöket, felszereléseket vigyük be. Felesleges ruhadarabjainkat helyezzük el a ruhatárban, vagy öltözőszekrényben. Vegyünk fel munkaköpenyt, amelyet mindig begombolva viseljünk. Hosszú, nagy hajat fogjunk össze, vagy viseljünk megfelelő kendőt, sapkát. Gumikesztyű állandó használata nem tanácsos. Ez alatt nem szellőzik a bőr, nedvesedik, felpuhul és a kesztyű esetleges kis sérülése esetében még olyan anyagok is sérülést okozhatnak, melyek egyébként szinte veszélytelenek a bőrre, gyorsan leöblíthetők vízzel. Természetesen bizonyos veszélyes anyagokkal (elemi bróm, hidrogén-fluorid-oldat) csak gumikesztyűben szabad dolgozni! Bizonyos típusú gyakorlatnál védőszemüveg állandó viselése kötelező, de általában csak akkor használunk szemüveget, ha tömény lúggal, savval dolgozunk. Ebben az esetben viszont nagyon fontos a védőszemüveg viselése, kötelező is! A közönséges szemüveg is jelent bizonyos védelmet, azonban létezik olyan nem dioptriás védőszemüveg, amit veszély esetén a szemüveg elé lehet tenni. Különösen veszélyes kísérletnél védőálarcot is használhatunk. Minden olyan kísérletnél, ahol anyag szétfröcskölődésétől lehet tartanunk, dogozzunk fülkében. A lehúzott fülkeablak önmagában is nagy védelmet jelent. Nagyon fontos megjegyezni, hogy a fülkében végzett kísérlet nem mentesít a személyes védőfelszerelés viselése alól! Itt érdemes megemlíteni a kontaktlencsét viselőkre vonatkozóan, hogy számukra azért is fontos a fülke használata, mert illékony anyagok esetében a vegyszergőzők a szembe kerülve és beoldódva a szem nedvességébe könnyebben okozhatnak sérülést. A kontaktlencse ugyanis részben akadályozza a szem pislogással, kikönnyezéssel bekövetkező öntisztulását. Az egyéni felszerelésekkel kapcsolatban kell szólni a gyűrű viseléséről. Lehetőség szerint a laborban ne viseljünk gyűrűt, mert egyrészt sérülhet, és ami fontosabb, hogy viselése esetében komoly probléma is jelentkezhet. Ha véletlenül sérül a gyűrűs ujjunk, a sérülés következtében nehéz a gyűrű eltávolítása, ami viszont a sérülés ellátása miatt fontos lehet. A gyűrű másik veszélye, hogy alászivároghat valamilyen vegyszer, aminek hatását már csak akkor vesszük észre, amikor fájdalmat okoz, és ez legtöbbször késő!

A balesetek megelőzését szolgálja az említett védőfelszerelések mellett az előírásoknak megfelelő munka. Ennek az az alapja, hogy felkészülten jövünk a gyakorlatra, tudjuk, mit fogunk csinálni, mi várható, milyen vegyszerekkel fogunk

dolgozni, melyik milyen veszély forrása lehet. Dolgozzunk a laborban figyelmesen! Tilos a fülhallgató médiaszköz használata, mert a hallgatott műsor eltereli figyelmünket, illetve nem észleljük megfelelő intenzitással környezetünk történéseit. Fontos szabály, hogy minden vegyszert tekintsünk mérgezőnek a laboratóriumban. A konyhasó a laboratóriumban nátrium-klorid vegyszer, amit étkezési célokra használni tilos! Még a legártalmatlanabbnak tartott vegyszert is szigorúan tilos megkóstolni! Laboratóriumi edényből inni, ételt fogyasztani még akkor is tilos, ha tisztának gondoljuk azt! A laboratórium területén enni, inni semmilyen edényből nem szabad! Ne használjunk rágógumit sem!

Fontos az illékony anyagok szaglásának szabálya is. Egyrészt szükségtelenül ne szagolgassunk vegyszereket! Sokszor természetesen szükséges, sőt fontos lehet egy anyagnak a megszagolása. Ilyenkor az anyag felől hajtsuk magunk felé a levegőt és azt szagoljuk meg óvatosan, ne szagoljunk bele közvetlenül az edénybe! Különösen veszélyes lehet a szaglás szűknyakú edények (kémcső!) esetében, mert a gázok, gőzök előbb kitöltik az edényt, és csak egy idő után jelentkezhethet a szag, amikor már nem feltételezzük a megjelenését.

Különösen szerves, illékony anyagoknál fordul elő, hogy a levegővel keveredve robbanó elegyet alkotnak. Ilyen szempontból a legveszélyesebb anyag a dietil-éter. Az ilyen anyag közelében még zárt edény esetében sem lehet a közelben nyílt láng, sőt forró rezsó sem, mert ennek izzó fűtőszála is berobbanthatja az étergőzőket. Ha az étert melegíteni kell, ezt olyan langyos, előmelegített vízfürdővel oldjuk meg, amelynek lefelé emelésével szabályozhatjuk a fűtés erősségét. Illékony anyag a kloroform is, de ennek gőzei nem gyúlékonyak, viszont mérgezőek. Az illékony anyagokkal végzett munkát biztonságosabb fülkében végezni. Ugyanígy járunk el, ha mérgező gázokkal dolgozunk, vagy ezek képződése várható egy reakció során.

Soha ne dolgozzunk sérült edénnyel! Ez egészen természetesnek tűnik, de figyeljünk az üvegedények összekoccanásából, megütődéséből eredő kicsi, csillagra emlékeztető alakú ún. „csillagrepedésekre”. Ezeket nehéz észrevenni, de ha ilyen edénnyel dolgozunk, könnyen előfordul – elsősorban melegítésnél –, hogy az apró repedésből kiindulva hirtelen végigreped az egész edény, esetleg azonnal szét is törik. Az ilyen edényeket javítani nem lehet, ki kell dobni. Az üvegedények széléről, üvegcsövek végéről gyakran lepattan kisebb-nagyobb üvegszilánk. Ilyenkor éles törési felület marad vissza, ami nagyon balesetveszélyes, különösen mosogatáskor vagy készülék összeszerelésekor. Hasonló éles felület alakul ki üvegcsövek vágásánál is. Az

ilyen éles felületeket Bunsen-égő szűrőlángjába tartva leömleszthetjük, és a balesetveszélyt elkerülhetjük. (Ezt a leömlesztést inkább csak csövek esetében csináljuk meg magunk, nagyobb eszközöknél inkább bízunk ezt a munkát üvegtechnikusra, akinek ilyen célra alkalmasabb gázégője van!) Nagyobb figyelmet igényel a nagy méretű üvegedények kezelése, beleértve ebbe a nagy vegyszeres üvegeket is. Az ilyen edényeket mindig két helyen fogjuk meg, és az egyik hely az edény alja legyen. Csak a felső részén, a nyakánál megfogott edény könnyen kicsúszhat a kezünkből. Sok egyéb részletre is vigyázni kell a különféle edények használatánál, azonban ezek már nem, vagy csak részben általános szabályok. Összefoglalva azt lehet mondani, hogy az edényeket mindig rendeltetésüknek megfelelően és szabályosan használjuk. A szabályos használatot az egyes eszközök tárgyalásánál, a következő részben ismerjük meg.

A laboratóriumi munka közben is képződik hulladék. Ezek elsősorban vegyszer maradványok, illetve használt szűrőpapír. A vegyszer maradványokat még akkor is tilos visszajuttatni a tárolóedényükbe, ha munka során igyekeztünk teljesen tisztán kezelni az adott vegyszert. A hulladék vegyszerek számára külön edényeket tartunk. A szerves oldószereket, klórozott és nem klórozott termékek csoportba sorolva gyűjtjük külön edénybe. A dietil-éter hulladékot nagymértékű illékonyága miatt szintén külön gyűjtőben helyezük el. A használt szűrőpapírokat és el nem reagált fém darabokat vízzel bőven leöblítve, a szemetes vödörbe dobhatjuk. Szigorúan tilos a laboratóriumból vegyszert elvinni! Illetéktelen kezekbe kerülhet, ami sok balesetnek lehet a forrása.

Külön kezelést igényel a higany. Higannyal viszonylag ritkán dolgozunk, viszont sok hőmérő tartalmaz higanyt, és a hőmérők elég könnyen törnek. A higany gőztenziója szobahőmérsékleten igen kicsi, viszont a gőzök rendkívül mérgezőek. Nagy sűrűsége miatt a szétfolyó, szétguruló higany a nagyon vékony repedésekbe, karcokba is befolyik, és elég erősen meg is tud tapadni a felületeken. Így a látszólag összetakarított hulladék mellett sok, szinte észrevehetetlen helyen marad vissza higany, ami folyamatosan kifejti káros hatását. Az elemi kén lassan, de szobahőmérsékleten is reagál a higannyal, és higany(II)-szulfid (HgS) képződik. Ez a vegyület rendkívül kismértékben oldódik vízben, tömény erős-savakban is alig. Ezért, ha higany ömlik szét, szórjunk rá bőven kénport, és hagyjuk állni néhány óra hosszáig, majd seperjük össze a maradványokat. Ha az esemény helyén a felület nem volt tökéletesen sima, letörölhető, akkor szórjunk szét friss kénport, majd úgy takarítsuk össze, hogy a repedésekben maradjon vissza. Ha nagyobb mennyiségű higannyal dolgozunk, használjunk tálcát, ami

az esetleg kicseppenő anyagot nem engedi szétgurulni, és a munka befejezése után itt is kénporral takarítsunk. A kénporral kezelt higanyt is tekintsük veszélyes hulladéknak!

Munka közben gyakran okoz súlyos sérülést, ha forró eszközt fogunk meg. Elsősorban olyan eszközök használatánál történik ilyen baleset, amelyeket melegítésnél használunk (vasháromláb, drótháló, drótháromszög, Bunsen-égő, porcelántégely). Az ilyen eszközök megfogása előtt győződjünk meg, hogy nem forrók-e?

Gondosan előkészített munka mellett is előfordulhat, hogy repedés keletkezik egy edényen, esetleg már az edényben levő folyadék is kezd szivárogni. Ilyen esetben nagyon megfontoltan cselekedjünk. Sok baleset éppen ilyenkor következik be, amikor meglátva a problémát, hirtelen elkezdünk kapkodni. Ha a probléma melegített rendszernél következik be, haladéktalanul szüntessük meg a melegítést. Kapcsoljuk ki az elektromos melegítőt, és lehetőleg távolítsuk is el. Zárjuk el a gázt, ha azzal melegítettünk. Ha a sérült edény forró, hagyjuk lehűlni, és ezután szereljük szét a berendezést. Bármilyen probléma esetén haladéktalanul értesítsük a gyakorlatvezetőt!

A munkavédelmi útmutató harmadik részében ismerjük meg, mi a teendő, ha sajnálatos módon bekövetkezett valamilyen baleset. Ugyanazt kell itt is elmondanunk, amivel az előző részt befejeztük: baleset esetén a legrövidebb időn belül szólni kell a gyakorlatvezetőnek. Nagyon fontos azonban megjegyezni, hogy néhány esetben még ez előtt, azonnal cselekednünk kell. A leggyakoribb ilyen esetek a következők:

- Tömény sav vagy lúg cseppent, vagy ömlött a bőrünkre: azonnal bő vízzel mossuk le a legközelebbi vízcsapnál.
- Sav, lúg vagy akármilyen vegyszer került a szánkba (szabálytalan pipettázás): nehogy lenyeljük az anyagot, azonnal köpjük ki, akár a labor padlójára, ha nincs a közelben lefolyó. Ezt követően a legközelebbi vízcsapnál öblítsük ki a szájunkat.
- Sav, lúg vagy akármilyen vegyszer csapódott a szemünkbe: azonnal bő vízzel öblítsük ki a szemünket a legközelebbi vízcsapnál. Fontos, hogy ne kezünkkel segítsük a vízsugarat a szemünkbe irányítani, hiszen az bizonyára szintén szennyezett, hanem a fejünket hajtsuk a vízcsaphoz. A gyors kiöblítés után ún. szemöblítő pohárba öntsünk tiszta vizet, erősen hajoljunk előre, és a szemünkhöz nyomva, a szemünket kinyitva-becsukva alaposabb mosást is alkalmazzunk. Tilos a szemet bármilyen szerrel, oldattal kezelni a tiszta vízen kívül!

- Ha ujjunk, kezünk égési sérülést szenvedett, azonnal mártsuk a sérült felület bő, hideg vízbe, és tartsuk ott néhány percig. Közben értesíthetjük a gyakorlatvezetőt.

Úgy is kerülhet sav- vagy lúgoldat a bőrünkre, esetleg a köröm alá, hogy nem is vesszük észre, csak egy idő után viszketést, csípést érzünk. Ilyenkor nedvesítsük meg a sérült területet, és univerzális indikátorpapírral állapítsuk meg a vizes bőrfelületen, hogy sav vagy lúg okozta-e a sérülést. Ha sav, akkor szappannal alaposan mossuk le a sérült felületet, és hagyjuk ott a szappanos oldatot néhány percig. A szappan lemosása után 2 %-os bórax- (nátrium-tetraborát), vagy 2 %-os nátrium-hidrogén-karbonát- (szóda-bikarbóna) -oldattal átitatott vattapamacsot használhatunk további borogatásra. Lúg esetén inkább csak tiszta vízzel mossuk tisztára a sérült felületet, és 2 %-os ecetsavas, vagy 2 %-os bórsavoldatos borogatást alkalmazzunk.

Vérzéssel járó mechanikai sérülés esetén 1–2 perces enyhe vérzés nem okoz problémát, ellenkezőleg, ez megakadályozza, hogy vegyszer kerüljön a véráramba. Ezután természetesen lemossuk és ellátjuk a sebet.

Tüzeset bekövetkezésénél az égő tárgyat, anyagot eltávolítani általában nehéz. Ilyenkor a levegőtől kell elzárni a tüzet, illetve le kell hűteni a környezetét. Egy-két lapátnyi homok ilyenkor megteszi a hatását. Erre a célra ún. tűzoltóhomok mindig van a laboratóriumban. Vízzel is leönthetjük az égő rendszert, de ilyenkor előtte feltétlenül gondoljuk végig, hogy nincs-e olyan anyag jelen, ami vízzel heves reakcióba lépve még komolyabb bajt okozhat (pl. alkálifém, tömény kénsav). Elektromos tűz, vagy elektromos melegítő vezetékének sérülése esetén szigorúan tilos a vízzel történő tűzoltás, áramütést kaphatunk! Ha egy személy ruhája, haja gyullad meg, azonnal dobjunk rá ún. oltópokrócot, ami minden, oldószereket használó laborban megtalálható. Ennek hiányában egy hirtelen levetett labor-köpeny is hatékony lehet. Legfontosab a gyors cselekvés! Nagyobb tűz esetén a falra erősített tűzoltókészüléket használjuk. Ennek elhelyezéséről és használatáról feltétlenül tájékozódjunk, ha egy számunkra új laboratóriumban kezdünk dolgozni, még akkor is, ha ez a baleset elhárítási oktatásnak részét kell, hogy képezze.

Végezetül egy általános érvényű fontos szabály, hogy ha nem velünk történt a baleset, de észreveszünk ilyet, azonnal siessünk társunk segítségére, és ha nem vagyunk biztosak abban, hogy mi történt, segítségnyújtás közben azonnal tájékozódjunk, szóljunk a gyakorlatvezetőnek is!

3. Az alapvető laboratóriumi eszközök, felszerelések és használatuk

Manapság a laboratóriumok nagyon változatos képet mutatnak. Vannak olyanok, amelyekben gyakorlatilag csak klasszikus eszközöket találunk, de vannak olyanok is, ahol a legmodernebb, korszerű eszközöket látjuk. Az a legáltalánosabb, hogy a modern és klasszikus eszközök együtt fordulnak elő. A legegyszerűbbnek gondolt eszköznek is léteznek általában olyan modern változatai, amelyek nem is hasonlítanak régebbi, klasszikus elődjeikre. A több mint száz éve ismert és használt klasszikus bürettának pl. már évtizedek óta létezik elektronikus, motorral hajtott változata is. Az utóbbi legújabb típusai számítógéppel vezérelhető, automatikus mérőrendszerbe állítható eszközök. Bizonyos műveletek is nagyon gyorsan, könnyen kivitelezhetővé váltak és válnak modern eszközök bevezetésével. Egy viszonylag híg oldat töményítése pl. klasszikus módon történhet vízfürdön, bepárló tál felhasználásával. Ez a művelet így órákat, – az oldat mennyiségétől függően – akár napokat is igénybe vehet. Vákuumban működő, egy gombnyomással indítható filmbepárlóval ez a művelet szinte percek alatt elvégezhető. Természetes, hogy a laboratóriumi eszközök fejlesztésénél az a fő szempont, hogy a pontosság és precizitás megtartásával a lehető leggyorsabban lehessen egy műveletet elvégezni. A laboratóriumi eszközök piaci árai a mindennapi eszközök, szerszámok áraihoz viszonyítva magasak. Különösen nagymértékben áll ez az említett modern, új típusú eszközökre. Egy laboratórium felszereltségének minősége nagymértékben függ az anyagi lehetőségektől, de ez nem jelenti azt, hogy egy igen jól felszerelt laboratóriumban nincsen helye klasszikus eszközöknek is. A már említett büretta–automata büretta példáján ez jól bemutatható. Ha egy laboratóriumban olyan a munka jellege, hogy legfeljebb havonta van szükség egy-egy titrálási munkára, akkor felesleges időt tölteni egy automata büretta feltöltésével, átmosásával, beállításával, egy klasszikus bürettával sokkal egyszerűbben megoldható a feladat. Ha viszont olyan a laboratórium munkája, hogy naponta nagy számú titrálást kell elvégezni, szinte teljesíthetetlen a feladat automata büretta nélkül.

A laboratóriumok bemutatott, változatos felszereltsége miatt egy bevezető laboratóriumi gyakorlaton a klasszikus és a legmodernebb alapvető eszközöket egyaránt meg kellene ismerni. Elsősorban az idő rövidege miatt erre nincsen lehetőség, de legalább a bemutatás szintjén fognak találkozni a gyakorlaton részt vevők a klasszikus és a modern eszközökkel egyaránt.

A laboratóriumi eszközöket leggyakrabban anyaguk szerint csoportosítva szokták ismertetni. Mi is ezt a módszert követjük majd, de még figyelembe kell venni, hogy az edények használatánál mind a munka eredményessége, mind balesetvédelmi szempontból fontos tényező, hogy hogyan szabad azokat melegíteni. Itt természetesen a megengedhető legerősebb melegítési módra gondolunk, mert nem megfelelően melegítve egy edényt, könnyen elrepedhet, szét törhet és a munkánk veszendőbe mehet, az edény szilánkjai, az edény szétömlő tartalma sérüléseket okozhat. Ezért célszerű először a laboratóriumi melegítés módszereit megismerni, hogy aztán ezekre az ismeretekre majd hivatkozhatunk.

3.1. A laboratóriumi melegítés módszerei, eszközei

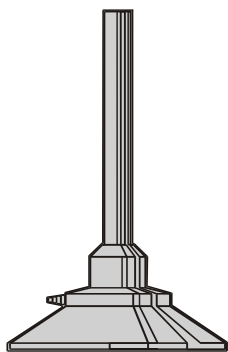
A módszerek leírásánál már több eszközt is megnevezünk, bemutatunk, a későbbiekben ezekre már csak rövidebben térünk ki.

Alapvetően két melegítési típust különböztetünk meg:

- a.) Közvetlen melegítés
- b.) Közvetett melegítés

3.1.1. A közvetlen melegítés

Közvetlen melegítésen leggyakrabban közvetlen lánggal történő melegítést értünk. Ez azt jelenti, hogy az égő gáz lángjába beletartjuk az illető edényt, vagy állványra szerelve, fogóval befogva azt, a gázlángot alátesszük az edénynek. A gázlángot a gázégő szolgáltatja. Minden gázégőben megtalálható alkatrész a fűvóka, amit az égők talp részén helyeznek el. Ez egy vékony cső, melynek egyik vége közvetlenül a gázforráshoz csatlakozik (hálózat, palack), a másik végén egy igen szűk, tűhegynyi nyílás van. Ehhez az alap felépítéshez csatlakoznak a gázégő különböző részei, amelyek eltérőek lehetnek aszerint, hogy milyen típusú égőről van szó. A leggyakrabban használt égő a **Bunsen-égő**, ezt tárgyaljuk részletesebben.



Az említett fűvókát egy hosszabb, vékony cső alján helyezik el. Ez a cső a fűvóka mélységében a cső tengelyére merőlegesen át van fúrva. A két szemben elhelyezkedő lyuk átmérője 8–10 mm. A cső fűvókával ellentétes végén áramlik ki a levegővel kevert gáz, ami meggyújtható. A levegő hozzavezetését úgy biztosítják, hogy az említett csövet a keresztfúratnál körülveszik egy olyan elforgatható köpennyel (egy rövid gyűrűvel), melyen ugyanolyan keresztfúrat

1. ábra A Bunsen-égő

van, mint az említett csövön. Ha a két fűrat átfedi egymást, az égő belsejében láthatóvá válik a fűvóka, amelynek végén nagy sebességgel áramlik ki a gáz. A gázáram az átfedő nyílásokon levegőt „szív” be, és azzal keveredik. Ha a gyűrűt elfordítjuk, az azon és a csövön lévő fűrat csak részben fedi át egymást, a beáramló levegő számára kisebb lesz a nyílás, a gáz kevesebb levegővel (oxigénnel) ég el. Ha a két-két fűrat tengelye merőleges egymásra, a nyílások nem fednek át, a levegő beáramlását gyakorlatilag megszüntetjük. Ilyenkor a gázégő sárga, lobogó lánggal ég, és erősen kormoz. Az ilyen lángot „kormozó lángnak” nevezzük, és melegítésre nem használjuk, mert összekormozná a melegítendő eszközt. Fokozatosan megnyitva a levegő útját, elérhető, hogy a láng már éppen ne legyen sárga. Ilyenkor az áramló gáz és levegő nem ad hangot, a láng színe alig észrevehető halványkék. Ez a kíméletes melegítésre használt „lágyláng”. Itt már észrevehető szerkezete alakul ki a lángnak. A belső, erősebb kék színnel világító rész a mag, míg a halványabb a köpeny. A mag belsejében nincs égés, a szélében a gáz szénhidrogén-tartalma szén-monoxiddá és vízzé ég el. A képződő szén-monoxid redukáló hatása miatt a lángnak ezt a részét „redukáló lángnak” is nevezik. Itt a láng hőmérséklet is alacsony, mindössze 300 °C körüli. A magban a hőmérséklet fokozatosan növekszik a mag csúcsáig, ahol már 1600 °C körüli értéket ér el. Ez a hőmérséklet a legmagasabb, ami Bunsen-égővel elvileg elérhető lenne, de figyelembe véve a környezet erős hűtő hatását a tényleges legmagasabb hőmérséklet csak 800–900 °C. Fölfelé haladva az egyre több oxigénnel égő gáz lángjának hőmérséklete már nem emelkedik 1500 °C fölé, mert a lángnál is érezhető a környezet hűtő hatása. Az oxigénfelesleg miatt a köpeny részt „oxidáló lángnak” is nevezik. A redukáló hatás a mag csúcsánál, az oxidáló hatás a köpeny csúcsánál a legerősebb. Az égő fűratainak teljes árfedésekor a maximális levegőmennyiség keveredik a gázhoz. Ilyenkor fűvó hangot is ad az égő, ezért az így működő égő lángját „fűvólángnak” is nevezik. Így érhető el a legmagasabb hőmérséklet Bunsen-égővel. Közvetlen melegítésnél ilyen fűvólángot csak ritkán használunk és akkor is csak kisebb méretű edénynél, előzetesen lágylánggal végzett „előmelegítés” után. A hideg edény melegítését közvetlenül fűvólánggal kezdve még a hőálló edényeknél is bekövetkezhet repedés!

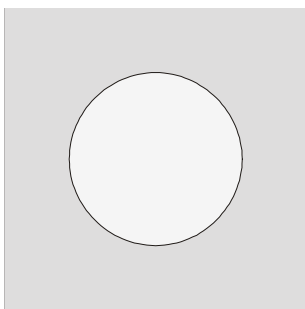
A gáz forrása a laboratóriumi asztalok közepén elhelyezett elosztó csonkokon át elérhető hálózat, vagy a gázpalack nyomáscsökkentő szelepének külső csonkjára. A csonkokhoz a gázégő bevezető csövét erősfalú gumicsővel csatlakoztatjuk. Műanyag csövek ilyen célra történő tartós használata nem ajánlott, mert a műanyag cső

kikeményedhet, és ilyenkor könnyen lecsúszhat a csatlakozásoknál, gázömlést eredményezve. A csatlakoztató gumicsövet nem szabad toldani, mert a toldásnál szintén bekövetkezhet gázszivárgás. A gázégőket a csonkra húzott csatlakozó csővel szokták tárolni. A gázégő beüzemelésének sorrendje a következő:

- Csatlakoztassuk a gumicsövet a gázforrás csonkjára. Ellenőrizzük, hogy a gumicső vége nincs-e berepedve, mert itt könnyen továbbhasadhat a használat során!
- Az égő levegőnyílását lezárjuk.
- Meggyújtjuk a gyufát vagy gyújtót és a gázégő végéhez érintjük.
- Kinyitjuk a gázcsapot. A beáramló gáz mennyiségét az elosztó csonknál soha ne szabályozzuk. Ezt a csapot mindig tartjuk teljesen kinyitva (vagy elzárva). A gáz mennyiségét csak akkor tudjuk szabályozni, ha az égőn van erre a célra szolgáló túszelep.
- A fűratos gyűrű elforgatásával beszabályozzuk a kívánt levegőmennyiséget.

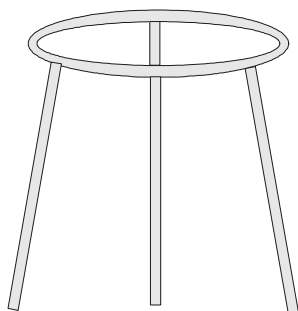
A Bunsen-égővel végzett közvetlen melegítést az ilyen célnak megfelelő edénynél is óvatosan kell végezni. Kis méretű edényt válasszunk lehetőleg, amelynél biztosítani lehet az egyenletes felmelegedést. Az edényt ne tartsuk mereven, mozdulatlanul a lángba. Vagy az edényt a lángban, vagy a rögzített edény alatt a lángot célszerű mozgatni. Az edény tartalmát gyakran rázogassuk, kevergessük, mert túlhevülés következhet be.

Magában álló, begyújtott gázégőt lehetőleg ne hagyjunk az asztalon felügyelet nélkül. Ha rövid időre mégis szükséges lenne ezt megtenni, állítsuk be a világító lángot. Melegítésre ezt a lángot soha ne használjuk, viszont az egyedül hagyott gázégőnél ez nagyon fontos, mert különben előfordulhat, hogy valaki nem veszi észre, és a színtelen láng égési sérülést okozhat.



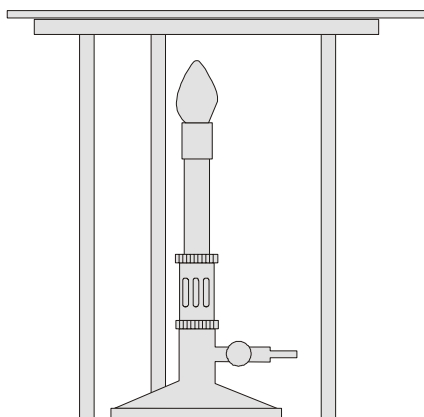
2. ábra Azbesztes drótháló

drótháló), manapság inkább kerámia réteget használnak. Így egyrészt növelhető a háló élettartama, másrészt még jobb lesz a hőelosztás. Sajnos, nagy mennyiségben árusítanak



3. ábra Vasháromláb

olyan dróthálót is, ami nem felel meg a célnak. A bevonat nélküli hálónak sokkal sűrűbbnek kell lennie, hogy a lángot ne „eressze” át. Ilyen típusú hálóval a háztartásokban is lehet találkozni, a gáztűzhelyeknél használják. Fontos szabály, hogy a betét nélküli drótháló alá csak akkor tegyük a lángot, ha a melegítendő edényt már ráhelyeztük, ellenkező esetben könnyen szétég a háló!



4. ábra Melegítés azbesztes dróthálón

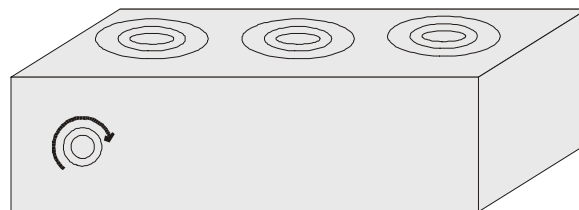
A közvetlen melegítéshez sorolhatjuk a különféle elektromos melegítőket is. Laboratóriumban is gyakran jól használhatók a **merülő forralók** és a közönséges villanyrezsók. Az előbbieket csak víz vagy magas forráspontú olaj melegítésére használjuk, és nagyon ügyeljünk, hogy a folyadékszint kellően magas legyen, valamint folyadékon kívül még másodpercekre se kapcsoljuk be a melegítőt. A közönséges **villanyrezsót** laboratóriumi célra mindig csak dróthálóval használjuk, ugyanis a legtöbb rezsó fűtőlapja nem egyenletesen hevül. Jelenleg igen sokféle, laboratóriumi célokra gyártott elektromos melegítőkészülék van kereskedelmi forgalomban. Ezeknek általában szabályozható a fűtőteljesítményük, gyakran elektronikus szabályzással egy adott hőmérsékleten tartást is lehet biztosítani. Az ilyen készülékek hőelosztása is olyan jó, hogy lehetővé teszi még az érzékenyebb edények közvetlen melegítését is.

3.1.2. Közvetett melegítés

Közvetett melegítést a különböző „fürdőkkel” valósítunk meg. Ilyenkor valamilyen közeg közvetíti a hőt a fűtő eszköz és a melegítendő edény között. A

közegtől függően megkülönböztetünk légfürdőt, folyadékfürdőt és homokfürdőt. A **légfürdő** összeállítása nagyon hasonlít a dróthálón történő melegítéshez, az a különbség, hogy a melegítendő edényt nem helyezzük rá a hálóra, hanem a kívánt mértékben a felé emeljük, és állványra rögzítjük. A melegítés erőssége a megemelés magasságával szabályozható.

A **folyadékfürdő** legegyszerűbb összeállítási módja, hogy dróthálóra helyezünk egy nagyobb térfogatú, ilyen módon melegíthető edényt (pl. főzőpoharat), megfelelő folyadékot töltünk bele (leggyakrabban vizet →**vízfürdő**, vagy olajat→**olajfürdő**) és ebbe merítjük a hevítendő edényt. A folyadékfürdő hőmérséklete biztosan nem lehet magasabb, mint az adott folyadék forráspontja. Ezt a magas hőmérsékletet azonban soha nem használjuk, – különösen olajfürdőknél –mert már jóval a forráspont alatt az olaj elkezd erősen párologni, „füstölni”, esetleg bomlani is, ami nagyon zavarja a munkánkat, és nagyon balesetveszélyes is, mert az olajgőzök könnyen begyulladhatnak. Olajfürdőhöz mindig olyan olajat használjunk, amelyiknek ismerjük a lobbanáspontját, illetve amelyekre megadták a hevítési hőmérséklet felső határát. Olajfürdőkben kitűnően használható a szilikonolaj. Ez bomlás és gőzölés nélkül magas hőmérsékleten is jól használható, kémiaiilag is ellenálló anyag. Különböző méretben készülnek manapság elektromosan fűtött és elektronikusan szabályozott vízfürdők. Ezek hőmérsékletét meglehetősen pontosan lehet adott értéken tartani. Az ilyen vízfürdők felépítése igen egyszerű. Egy jól szigetelt, rozsdamentes anyagból készült tartály alján helyezik el a szabályozott fűtőegységet. A vízzel töltött tartály fedőlapján kerek nyílásokat alakítanak ki, amelyeket egymásba illeszkedő körkörös gyűrűk formájában kialakított fedővel fednek le. Egy-egy nyílás mérete úgy változtatható, hogy változó számú gyűrűt távolítunk el. A melegítendő edényt úgy helyezzük ezekre a nyílásokra, hogy annyi gyűrűt távolítunk el előzőleg, amennyit az edény mérete megkíván. Ezeknél a vízfürdőknél valójában gőzfürdőről van szó, mert az edények alja a forró gőzzel érintkezik. Fontos szabály az ilyen vízfürdők használatánál, hogy ha a melegített edényt



5. ábra Elektromos vízfürdő

levesszük, az üresen maradt nyílást fedjük vissza. a nyitva hagyott helyek ugyanis nagymértékben rontják a fürdő hatásfokát.

A **homokfürdő** nagyon egyszerű felépítésű. Egy elektromosan fűtött edényt tiszta homokkal töltünk meg, és a melegítendő edényt a homokba ágyazzuk. Előnye, hogy magasabb hőmérsékleten is jól alkalmazható, ugyanakkor a melegítendő edény esetleges sérülése esetén a homok (SiO_2) nagymértékű kémiai ellenállóképessége következtében nem reagál a kiszivárgó forró anyaggal.

Az eddig tárgyalt fűtési eljárásokkal legfeljebb 800–900 °C-ig (Bunsen-égő) lehet melegíteni. Magasabb, vagy tartósan 800–900 °C körüli hőmérsékletet kemencékkel (**izzítókemence**) lehet elérni. Az általánosan használt izzítókemencék munkahőmérséklete maximum 1000–1500 °C. Természetesen ennél magasabb hőmérséklet is elérhető a laboratóriumokban, azonban erre csak ritkán van szükség. Az igen magas hőmérsékletek előállítására szolgáló eszközök, kemencék különleges szerkezeti anyagokat igényelnek.

A laboratóriumi melegítés során kell szót ejteni az elektromos **szárítószekrényekről** is. Ezek modern változatai rozsdamentes anyagból készülnek, kitűnő szigeteléssel és elektronikus hőmérséklet-szabályozással. Felépítésük egyszerű: ajtóval és polcokkal ellátott szekrények, amelyeken szellőzőnyílásokat alakítanak ki. Gyakran ventilláció biztosítja a szekrényben lévő levegő mozgását. Amint nevük is mutatja, ezek az eszközök különböző anyagok, nedves laboratóriumi edények szárítására szolgálnak adott, beállítható hőmérsékleten. A maximális hőmérséklet általában 200–250 °C. A jó minőségű szárítószekrényekkel ± 1 °C pontossággal tartható állandó értéken a hőmérséklet, ezért ezekkel ilyen pontosságú temperálás is megoldható hosszabb ideig is. Ennek a lehetőségnek különösen nagyobb hőmérsékleteknél van jelentősége, ahol a hőmérséklet állandó értéken tartására szolgáló termosztátok már nem, vagy csak nehézkesen használhatók.

3.2. Az alapvető laboratóriumi eszközök

3.2.1. Üvegből készült eszközök

3.2.1.1. Általánosan használt edények

Ebbe a csoportba soroljuk azokat az eszközöket, amelyek felhasználása igen széleskörű: kémiai reakciók végrehajtásánál, szűrésnél, oldatkészítésnél... stb. egyaránt előkerülhetnek. Az eszközök rövid leírása mellett fel vannak tüntetve azok ún. metszeti

ábrái is. Ezeket a rajzokat gyakran alkalmazzuk, ha vázlatos, de a fontos részekre is kiterő készülék-rajzot akarunk összeállítani, megtervezni.

a.) Közvetlen lángon is melegíthető eszközök

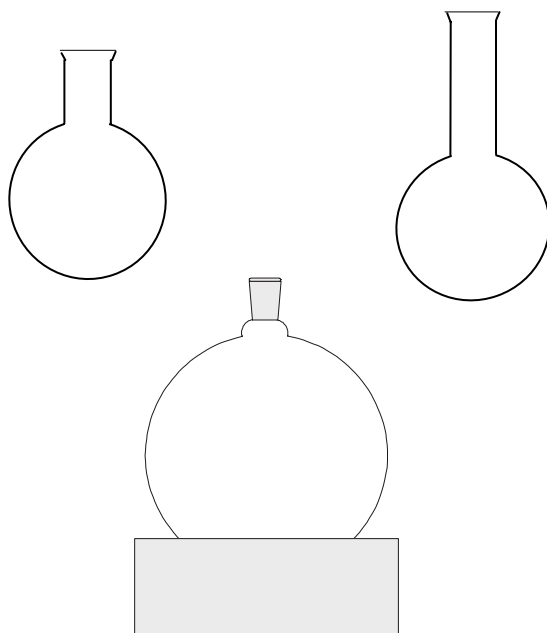
Az előbbi részben már említettük, hogy mit értünk a címben megjelölt melegítési módon. Olyan edények melegíthetők így, melyek vékony (nem öntött) üvegből készültek, és nincsenek rajtuk szögletes, erős hajlítások.

Kémcső

Talán ez a leggyakrabban használt eszköz, és érdekes, hogy egyszerű volta ellenére gyakran rosszul használják. A kémcsőnek van egy kisebb méretű változata is, amit **mikrokémcső**nek neveznek. Ez utóbbit nehezebb kezelése, tisztíthatósága miatt csak ritkábban használjuk. Egy normál kémcső 20–25 cm³ térfogatú, de a biztonságos és hatékony munka érdekében legfeljebb ¼ részéig töltünk csak bele anyagot (leginkább folyadékot). Ilyen anyagmennyiséget úgy tudunk melegíteni (vizes oldatot forralni), hogy a kémcsövet a szájánál akár pusztán kézzel is foghatjuk a forrásban levő anyag kifutásának veszélye nélkül. A kifröccsenés veszélye nélkül tudunk így oldatokat, folyadékokat elkeverni, összerázni. Fontos megjegyezni, hogy a kémcső tartalmát soha nem szabad úgy elkeverni, összerázni, hogy ujjunkkal befogjuk a kémcső száját és felfordítjuk. Ujjunk így elszennyezheti az anyagot, de ujjunk is megsérülhet a vegyszer hatása következtében. Ritkán előfordulhat, hogy elkerülhetetlenül nagy folyadékmennyiség összekeverése. Ilyenkor tegyük a kémcső szájára egy kis darab „parafilm” és ezt szorítsuk rá ujjunkkal a kémcső szájára. Így az előbbi problémák nem merülnek fel. (A „parafilm” tulajdonképpen paraffin filmet jelent. Vékony hártává sajtolt és felcsavarva árusított paraffinról van szó, ami ollóval vágható a megfelelő méretűre.) A kémcsővel végzett munkánál mindig gondoljunk arra, hogy a kívánt művelet (melegítés, elegyítés stb.) után hová fogjuk elhelyezni. Gyakran előfordul, hogy előveszünk egy kémcsövet a fiókból, oldatokat öntünk bele, majd forraljuk, és a munka befejeztével hirtelen le akarjuk tenni, de nincs a környéken megfelelő hely. Ezért célszerű mindig kémcsőállványban tartani a csöveket munka során. Ha nem vizes oldatokat kell forralnunk, vagy sokáig kell melegíteni egy oldatot, előfordul, hogy kézzel nem tudjuk tartani a forró kémcsövet. Ilyenkor használjunk kémcsőfogót, amely fából vagy fából és fémből készül. Hasznos, ha két darab 3–4 cm hosszú, vastagabb falú, hosszában átvágott gumicső darabot hordunk a laboratóriumi köpenyünk zsebében. Ezeket hüvelyk- és mutatóujjunkra húzva gyorsan „előáll” egy

primitív, de igen hasznos ujjvédő, aminek segítségével már könnyen dolgozhatunk forró kémcsővel is.

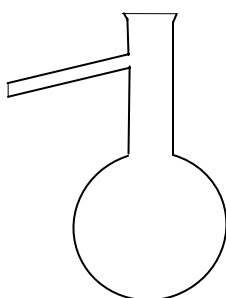
Gömblobmik



6. ábra Gömblobmik parafa talppal

A nevében is benne van, hogy olyan lombikról van szó, amelyik gömb alakú, így ún. „talp” nélkül nem állítható meg az asztallapon. A talpat általában parafából készítik, gömb alakú bemélyedést vágnak bele.

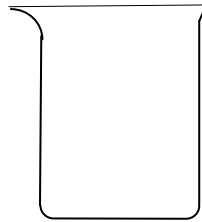
Desztilláló vagy frakcionáló lombik



Szintén gömb alakú lombikról van szó, de a kicsit hosszabb lombiknyakon egy vékonyabb üvegcső kivezetés is van. A lombikot desztillálásra konstruálták, az elvezető cső a fejlődő gőzök elvezetésére szolgál. Gyakran használják az ilyen lombikot gázfejlesztésre is. Ilyenkor a lombik nyakán keresztül adagolhatók a gázfejlődéssel járó reakció komponensei, az oldalsó cső pedig a fejlődő gáz elvezetésére szolgál.

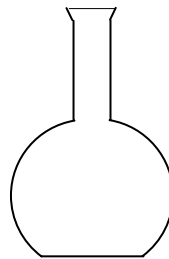
b.) Dróthálón, vagy betétes dróthálón hevíthető edények

Főzőpohár



Alakja nagyon hasonlít a közönséges poháréhoz, csak ez vékony hőálló üvegből készül és a folyadékok kitöltését megkönnyítendő, csőrrel látták el.

Főzőlombik (vagy állólombik, talpas lombik)

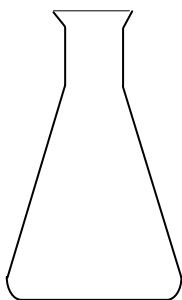


A két utóbbi név az igazán kifejező, ugyanis olyan gömbölyű lombikról van szó, amelyik lapított alja következtében önállóan is megállítható a laborasztalon.

Általában elmondható a laboratóriumi edényekről, hogy igen széles méret-tartományban állnak rendelkezésre, de ennek az állólombiknál nagyobb a jelentősége. A kisméretű állólombikot **titráló lombik**nak is nevezik, ami kifejezi fő felhasználási területét is. Előnye, hogy kis mérete következtében közvetlen lángon is melegíthető, így egy titrálás közbeni kiforrálás könnyen elvégezhető. Érdeemes alkalmazni a forró titráló lombik lehűtésénél a következő eljárást. Nyissuk meg a vízcsapot, és vékony sugárban folyassuk a vizet. A forró lombikot a nyakánál fogva döntjük meg 45°-os szögben, tartsuk a vízszög alá, majd a hideg víz által folyamatosan mosott lombik alját tartsuk a másik kezünkkel. Így tartva a lombikot lassan forgassuk a nyakánál fogva néhány percig. Ügyeljünk rá, hogy a lombik száján ne csapódhasson be csapvíz, vagy oldat ne fröccsenhessen ki. A lombik ilyen hűtése sokkal gyorsabb és biztonságosabb, mintha csak egyszerűen vízcsap alatt rázogatónánk.

Erlenmeyer-lombik

Alakjánál fogva ez a lombik különösen stabilan áll az asztalon. Ha forralni akarunk benne, legyünk óvatosak, mert a ferde falán könnyen „felkúszik”, kihabzik belőle a forrásban lévő folyadék. Ez a lombik-alak viszont nagyon kedvező, ha



7. ábra Erlenmeyer-lombik

leülepedett szilárd anyagról felkeveredés nélkül akarunk letölteni folyadékot. A szilárd anyag jól visszatartható a lombik valamelyik „sarkában”. (Ez a művelet a **dekantálás**.)

Az Erlenmeyer-lombiknak előfordul egy vastagfalú, üveg dugós, öntött változata is, az ún. **jódszám-lombik**. Vastag fala következtében ezt csak vízfürdőn szabad melegíteni!

c.) Vízfürdőn melegíthető eszközök

Itt jegyezzük meg, hogy az itt leírt eszközöknek ez a legerőteljesebb melegítési módja, ami még megengedhető törés veszélye nélkül. A korábban leírt eszközök természetesen szintén melegíthetők így, enyhébb módon.

Óraüveg



Nevét az alakjáról kapta, öntött üvegből készül. Igen kis mennyiségű anyagok közötti reakciók (ún. cseppreakciók) kivitelezésére, kis mennyiségű oldatok bepárlására, vagy más edényekben (elsősorban főzőpohárban) tárolt anyagok lefedésére szolgálhat. Fontos tudni, hogy lefedéskor is úgy használjuk, hogy a domború felével lefelé fordítva helyezzük az adott edény szájára, ellenkező esetben könnyen leesik.

Kristályosító csésze



A benne lévő oldat nagy felületen terülhet szét, így könnyű benne bepárlást végezni, és alakja nem korlátozza az esetleg kiváló nagy kristályok növekedését.

Bepárló tál



Alakja olyan, mintha egy állólombikot félbevágtunk volna, de ezt csőrrel is ellátták. A lefelé szűkülő keresztmetszete következtében a vízfürdő már említett

nyílásának beállításánál elérhető, hogy a csésze bemerüljön a vízfürdő gőzterébe, és így a bepárlódás sokkal gyorsabban mehet végbe ebben az edényben.

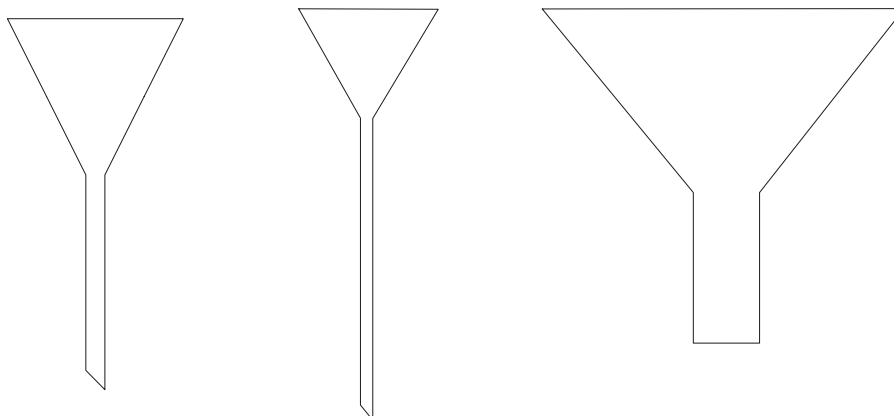
3.2.1.2. A szűrésnél használt eszközök

A szűrés szilárd anyag elválasztását jelenti folyadéktól. Az elválasztott szilárd anyag a **csapadék**, a tiszta, szűrt folyadék a **szűrlet**. A szűrlet tulajdonképpen a csapadék telített oldatának tekinthető. Nagyon rosszul oldódó anyag esetében ez lehet gyakorlatilag az oldószer, de jobban oldódó anyagnál viszonylag nagy koncentrációjú oldat is.

A szűrés történhet légköri, csökkentett vagy megemelt nyomáson. A csökkentett nyomáson történt szűrést vákuumszűrésnek is nevezik. Eszközeit tekintve is van eltérés a három szűréstípus között, ezért ezeket külön tárgyaljuk.

a.) A légköri nyomáson végzett szűrés

Alapvető eszköze a **tölcsér**. Különböző méretben készítik, és a szűrésen kívül egyszerű folyadékátöltésnél is használjuk. Fontos tudni, hogy létezik ún. **portölcsér** is, amelyet nem használunk szűrésre, hanem finom eloszlású, kristályos vagy porszerű anyag szűk nyakú edénybe töltésére alkalmazzuk. Ez a tölcsér felismerhető rövid és nagy átmérőjű száráról.



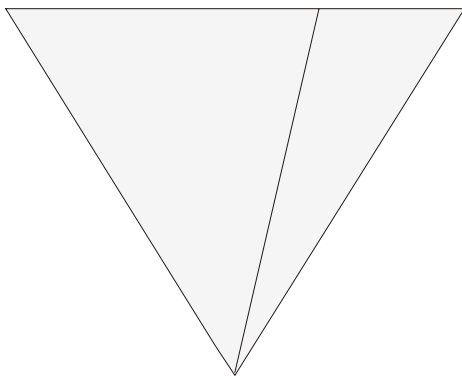
8. ábra Tölcsérek: Közönséges tölcsér

Analitikai tölcsér

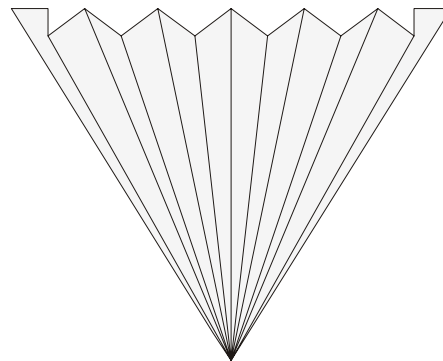
Portölcsér

A tényleges szűrés tulajdonképpen **szűrőpapíron** történik. A tölcsér csak „tartja” a szűrőpapírt. A szűrőpapír külön erre a célra készül tisztított cellulózból. Fontos tulajdonsága a pórusmérete, amit mindig a szürendő csapadék szemcseméretéhez kell igazítanunk. Természetes, hogy sikeres szűrés érdekében a finom eloszlású csapadékhhoz kisebb pórusméretű papírt választunk, azonban tudnunk kell, hogy minél kisebb a pórusméret, annál lassúbb a szűrés. Nagyobb részecskeméretű

csapadékot is lehet finom pórusú papíron szűrni, de a szűrési idő feleslegesen hosszú lesz. Ha a finom csapadék szűrése egy adott papírral nem sikerül, – „átmegy” a csapadék a papíron – csak úgy segíthetünk, ha kisebb pórusméretű papírt választunk. Hiába használnánk több réteget a túl nagy pórusú papírból, szűrésünk nem lenne tökéletes! (A pórusméretről a szűrőpapír csomagolásán levő felíatról vagy/és a megfelelő termékismertetőből tájékozódhatunk.) A szűrőpapírt használat előtt az alkalmazott tölcsérhez igazítva méretre kell vágni, illetve megfelelően hajtogatni kell. A hajtogatással kell kezdeni, amelynek két alaptípusa van: a „sima” és a „redős” szűrőpapír. Mindkét hajtogatáshoz egy négyzet alakú lapból indulunk ki, amit hajtogatással negyedelünk. A **sima szűrőpapírnál** a négyrét hajtott négyzet két szomszédos éle között egy negyed körívet vágunk le. Az így létrehozott tasakszerű szűrőpapírt úgy nyitjuk meg, hogy az egyik oldalon egy, a másik oldalon egymást fedő három köríkk legyen. Ezzel el is készült a sima szűrőpapír, amit a szürendő anyag oldószerével kissé megnedvesítve behelyezzük a tölcsérbe. A **redős szűrőpapír** hajtogatása is hasonlóan indul, csak az említett négyzet alakú papír negyedelése után tovább hajtogatjuk a papírt, nyolcadoljuk, majd a nyolcadokat ismét félbe hajtogatva végül 16 körcikket alakítunk ki. A félbe hajtogatást harmónikaszerűen, hol előre, hol vissza (hátra) végezzük. Az elkészült papír végét ollóval egyenesbe vágjuk, majd



9. ábra Szűrőpapírok:Sima és.....



redős

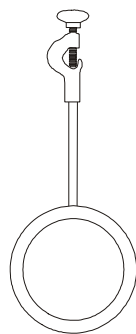
esernyőszerűen kifordítjuk. Nedvesítés után úgy helyezzük a tölcsérbe, hogy a papírhajtogatás közben többször érintett része belülré kerüljön. Így a hajtogatás során lefoszlott papírmoszatok a csapadék mellé kerülnek, a szűrlet teljesen tiszta lesz. A sima szűrőpapírt akkor használjuk, ha a csapadékra (is) szükségünk van, a redőst pedig akkor, ha csak a szűrletet akarjuk használni. Redős szűrőpapír hajtogatásánál nem jó, ha

a hajtogatás végei pontosan a csúcspontba esnek, a sok hajtogatástól elgyengül a papír, és a folyadék felöntése után átszakadhat. Ennek megelőzésére – különösen nagy térfogatú szűrés esetében – a nagy szűrőpapír csúcsa alá egy kis sima szűrőpapírt is tesznek. A szűrőpapírok mérete olyan legyen, hogy a tölcésérbe illesztve kb. fél cm-rel túlérjen a tölcésér szélén. (A legtöbb praktikum éppen az ellenkezőjét írja, hogy ennyivel rövidebb legyen a papír. De a tapasztalat azt mutatja, hogy a kisebb papír sok problémát okozhat, mert az igen finom eloszlású csapadékok „felkúsznak” a papír széléig is, és belemosódhatnak a szűrletbe.) A papírra feltöltött folyadék szintje viszont legalább fél cm-rel lentebb legyen, mint a tölcésér széle, mert különben a folyadék melléfolyhat. Redősre hajtogatott szűrőpapír kereskedelmi forgalomban is van, különböző méretűt lehet beszerezni.

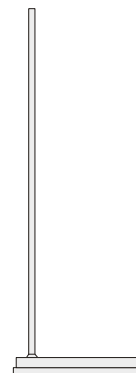
A tölcésérek szára viszonylag vékony, ezért különösen a kisebb méretű tölcéséreknel előfordulhat, hogy a felületi feszültség miatt a szárból csak nehezen folyik ki a szűrlet. Ezt úgy kerülük el, hogy a szár végét ferdére csiszolják, ami megakadályozza a kifolyásnál a „folyadék dugó” képződését. A szárban levő folyadék, ha áramlik, még segíti is a szűrést, mert enyhe szívó hatást gyakorol a tölcésérben levő anyagra. Ezért gyakran hosszú szárral készítik a tölcésérek, ezek az ún. **analitikai tölcésérek**.

Gyakran előfordul, hogy forrón kell szűrniünk egy oldatot, és szűrés közben sem szabad nagyon lehűlnie az oldatnak. Az oldat melegen tartását elősegíti, ha vastagfalú, öntött üvegből készített tölcésért használunk ilyenkor, amit előzőleg szárítószekrényben előmelegítettünk. A tölcésérek egyik típusát sem szabad azonban közvetlenül, vagy akár betétes dróthálón át melegíteni. Igen könnyen elrepedhet!

A szabályos szűrést mindig úgy hajtjuk végre, hogy a tölcésért **Bunsen-állványra** vagy **szűrőállványra** (bürettaállványra) szerelt **szűrőkarikába** fogjuk. A szűrőkarika



10. ábra Szűrőkarika

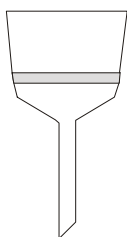


11. ábra Bunsen-állvány

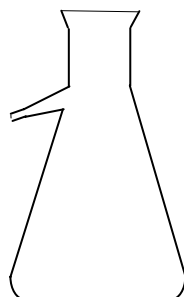
kör alakúra hajlított vastag acélhuzal, vagy ilyen alakra öntött vas. A huzalból készített karika belsejébe egy porcelángyűrűt (**szűrőbetétet**) is szoktak tenni, hogy forró tölcséres szűrésnél a hideg fémtől a tölcsér ne hogy elrepedjen. A szűrőállványt bürettaállványnak is szokták nevezni, mert büretta befogására is használják. Valójában ez utóbbi célra használható leginkább, mert nagyobb térfogatú oldat szűrésénél a háromlábú állvány labilissá válik, könnyen elborul, és a kiömlő folyadék balesetet okozhat. A Bunsen-állvány függőleges rúdja a nagy, téglalap alakú talpa egyik végén helyezkedik el, így szabályosan – a talp fölé – rögzített nehéz szerelvény esetében sem dől el. A tölcsér alá helyezük azt az edényt (főzőpohár, lombik stb.), amelyben a szűrletet gyűjtjük. A tölcsér szára a ferde csiszolat hosszabb részével mindig érjen hozzá ennek az edénynek a falához, hogy a tölcsérből a folyadék ne csepegjen, hanem folyjon. Így az oldat nem fröcskölődik szét. A szürendő oldat feltöltését akkor kezdjük el, miután a leírt összeállítást elvégeztük. A feltöltést **üvegbot** mellett végezzük. (Az üvegbot mellet történő feltöltés fogásait a gyakorlaton bemutatjuk.) A „forrón szűrés” még egy fontos mozzanatra fel kell hívni a figyelmet. Gyakran elkövetik azt a hibát, hogy ilyenkor felforrallják az oldatot, majd a melegítést abbahagyva, feltöltnek egy oldat-részletet a tölcsérbe, majd félreteszik az oldat megmaradt részét a következő rátöltésig. Ilyenkor az eredetileg tényleg forró oldat gyorsan kihűl, és a „forrón szűrés” értelmét veszti. Az első oldat-részlet feltöltése után a megmaradt részt vissza kell helyoznünk az eredeti melegítő helyre, és a következő rátöltésig ott kell hagynunk. (A tartós forrás elkerülése érdekében legfeljebb csökkentjük a fűtést!)

b.) Csökkentett nyomáson történő szűrés

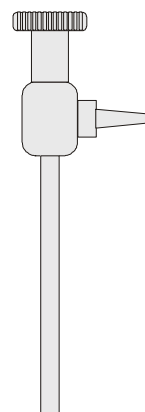
Ilyen szűrésnél használjuk a **Büchner-tölcsért**. Ez üvegből vagy porcelánból egyaránt készülhet. Olyan szélesszájú, alig szűkülő tölcsér, melynek lapos alja lyuggatott. Ez a lyuggatott rész nem a szűrőfelületet jelenti, hanem a szűrést végző



12. ábra Büchner-tölcsér



13. ábra Szívópalack



14. ábra Víz sugar-légszivattyú

szűrőpapírt tartja. A tölcsért **átfúrt dugóval**, vagy ún. **gumikónusszal** illesztjük a **szívópalackba**. A szívópalack alakja nagyon hasonlít az Erlenmeyer-lombikéhoz, de ennek van egy elszívásra szolgáló ún. vákuumcsonkjá. Ide csatlakoztatjuk a legtöbbször ún. **vízszűrő-légszivattyúval** (röviden: **vízszűrőszivattyú**) létrehozott vákuumot. Ennek következtében a szívópalackban vákuum jön létre, és a külső levegő nyomása préseli át a folyadékot a Büchner-tölcsérbe illesztett szűrőpapíron. Miután a szívópalackban vákuum keletkezik, nagy nyomást gyakorol rá a külső légnyomás, ezért erős, vastag, öntött üvegből készítik a szívópalackot. Ezt a palackot melegíteni tilos, ellentétben a már tárgyalt Erlenmeyer-lombikkal. A szűrlet tehát a szívópalackban gyűlik össze, ezért szűrés előtt tökéletesen tisztítsuk meg. A vákuumot a szívópalackkal egy vastagfalú, ún. vákuum-gumicsővel kötjük össze. Ez a gumicső elég nehéz, könnyen megcsavarodik és felboríthatja a szívópalackot munka közben. Ezért a szívópalackot mindig fogjuk állványba. A vákuumszűréshez így minden felszerelés együtt áll, csak a megfelelő méretű szűrőpapírt kell előkészíteni. Ehhez a következőképpen célszerű eljárni. A Büchner-tölcsért szájával lefelé helyezük a használni kívánt szűrőpapírra. Rajzoljuk körül a tölcsért, majd ollóval óvatosan vágjunk ki egy kör alakú lapot a szűrőpapírból úgy, hogy a rajzolt körvonalnál kisebb kisebb legyen a lap átmérője. Olyan legyen a mérete, hogy a száraz tölcsérbe illesztve elfedje a tölcsér alján levő lyuggatást, de ne feküdjön fel a tölcsér szélére. A jó méretű, száraz szűrőpapír kiesik a tölcsérből, ha szájával lefordítjuk!

A szűrés menete a következő. Az állványba rögzített, összeszerelt szűrőberendezés tölcsérébe helyezük be a szűrőpapírt, majd kevés vízzel nedvesítjük meg. Ilyenkor a nedves szűrőpapíron átlátszanak a tölcsér lyuggatásai. Óvatosan mozgassuk a nedves papírt, hogy minden lyuggatás le legyen fedve. Ez után nyissuk ki a vízcsapot a vízszűrőszivattyúval és a csatlakozó csövet húzzuk rá a szívópalack elszívó csomójára. A képződő vákuum hatására a nedves szűrőpapír rátapad a tölcsér fenekére. Így áll elő a tényleges szűrőfelület. Erre öntsük fel a szűrőoldatot üvegbottal és részben a felöntés irányításával, részben egy laposra nyomott végű üvegbottal segítségével igyekezzünk lehetőleg egyenletes rétegvastagságban elteríteni a szilárd anyagot a tölcsérben. A kialakult réteget enyhén nyomkodjuk is le egy laposvégű üvegbottal. Ilyenkor az oldat gyorsan lecsepeg a tölcsérből és a szilárd anyag, az ún. „**szűrőleple**ny” formájában marad fenn. A teljes oldatmennyiség feltöltése után erősebben nyomkodjuk le a szilárd anyagot, miközben tartjuk fenn a vákuumot. Addig folytassuk a munkát, míg a tölcsér végén csepeg a szűrlet. (Ezt a már említett, telített oldatot „**anyalúgnak**” is

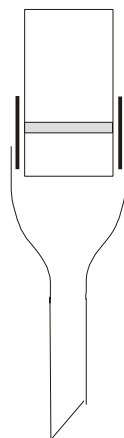
szokták nevezni!) Ha tovább hagyjuk a rendszeren a vákuumot, ezzel állandó levegő átáramlást biztosítunk, így bizonyos fokú szárítást is elérünk a szilárd anyagunknál. A szűrésnek ezt a változatát akkor alkalmazzuk elsősorban, ha valamilyen oldatból kiváló nagyobb mennyiségű szilárd anyagot szeretnénk tisztán kinyerni. Az anyagunk akkor lesz igazán tiszta, ha a szűrés végén igen kevés, erősen lehűtött tiszta oldószerrel leöblítjük. Ennél az öblítésnél nagyon vigyázni kell, mert ha jól oldódó anyagról van szó, igen nagy anyagveszteségünk lehet.

A gyakorlatlan ember ennél a szűrésnél gyakran követi el a következő hibát. A szilárd anyagot tartalmazó oldat szűrőre öntésénél legnagyobb igyekezetünk ellenére is általában visszamarad, letapad valamennyi anyag, ami nem kerül a szűrőre. Ilyenkor gyakran a tiszta oldószerrel (vízzel) próbálják felkeverni és szűrőre vinni ezt a maradékot. Nagyobb oldékonyságú anyag esetében ez beoldódás miatt igen nagy anyagveszteséget jelent, durva esetben esetleg teljesen feloldódik az anyagunk. Ezt elkerülendő, úgy járunk el, hogy a vákuumcső szívópalacknál történő lehúzásával megszüntetjük a vákuumot, majd a szívópalackban levő szűrletből (telített oldat) keveset visszatöltünk a visszamaradt anyagra. Helyreállítva ismét a vákuumot, átöblítjük a maradékot. Ezt a műveletet addig ismételhetjük, míg az összes anyagot fel nem vittük a szűrőre, és mindezt anyagveszteség nélkül, hiszen a telített oldat semmit nem fog feloldani a szilárd anyagból. Ennél a műveletnél viszont arra kell nagyon vigyázni, hogy a vákuumot mindig a csatlakozó cső lehúzásával, és ne a vákuumszivattyú vízcsapjának elzárásával szüntessük meg. Az utóbbi esetben ugyanis „visszaszívás” miatt csapvíz kerülhet a szűrletbe, ami tönkretelheti a munkánkat.

Az előbbi szűrési művelet befejezését az jelenti, amikor a Büchner-tölcsérből eltávolítjuk a legtöbbször keményre lenyomkodott szilárd anyagot. Ezt spatulával, kanállal kikaparni nem tanácsos, mert a szűrőpapírt is megsértjük, hozzákaparjuk az anyaghoz. Ilyenkor úgy járunk el, hogy előveszünk egy olyan óraüveget, amelynek átmérője kicsivel nagyobb, mint a Büchner-tölcséré és szájával lefelé ráfordítjuk a tölcséret. Ujjainkból csövet formálva megfogjuk a tölcsér szárát és erősen belefűvünk. Ennek hatására a tölcsérben lévő csapadék ráesik az óraüvegre, és a tetején ott van a még nedves szűrőpapír. Száraz szűrőpapírral jól lenyomkodjuk ezt, majd mikor már gyakorlatilag nem nedvesedik a leitatáshoz használt papír, a csapadékon levő, már alig nedves lapot csipesszel eltávolíthatjuk. Ha nagy kristályos anyagról van szó, akkor természetesen könnyen kiszedhető az anyag a tölcsérből spatulával vagy kanállal.

Olyan laboratóriumban, ahol gyakran végeznek vákuumszűrést, olyan berendezést állítanak össze, mellyel könnyebben, gyorsabban kivitelezhető a munka közbeni „fellevegőztetése” a rendszernek. Az ilyen összeállítások ismertetése túlhaladja ennek a gyakorlatnak az anyagát.

Vákuumszűrésnél használhatók az ún. „**üvegszűrők**” is. Ezek hosszú szárral, vagy anélkül készült tölcsérek, melyek aljába zsugorított üveglapot „üvegfritt” illesztenek, ez a szűrőfelület. A zsugorított üveg pórusos anyag, pórusméretét a gyártás folyamán tudják szabályozni. Így a szűrendő csapadéktól függően különböző típusú szűrőket használhatunk. Vákuum nélkül a kisebb pórusméretű szűrőkön rendkívül lassan szivárog át a folyadék, így ezek csakis vákuumban használhatók. Ugyanúgy dolgozunk velük, mint a Büchner-tölcsérrel, csak itt nem használunk szűrőpapírt. A szár nélküli üvegszűrőket **szűrőtégelynek** is nevezik. Ezeket a tulipánhoz hasonló alakú átmenettel, a „**szűrőtulipánnal**” csatlakoztatjuk a szívópalackhoz. Az üvegszűrők nagy előnye, hogy vákuum nélkül felkeverhető bennük a csapadék, jól átmosható, majd a csapadékról a mosófolyadék könnyen leszívható. Az üvegszűrőből a szilárd anyag is könnyen eltávolítható, spatulával kikaparható, bár az erős fizikai behatástól tartózkodni kell, mert a zsugorított üveg felülete viszonylag puha, könnyen megsérülhet.



15. ábra Szűrőtégely és tulipán

c.) Nyomás alatti szűrés

Ennek a szűrés típusnak azt a változatát ismertetjük, amelyik ma egy gyakran használt, könnyen kivitelezhető módszernek tekinthető. Szabályozott polimerizációval elő tudnak állítani egyenletes, szabályozott pórusméretű membránokat, amelyeket aztán megfelelő anyagú tokban helyeznek el úgy, hogy a membránon át lehessen nyomni a

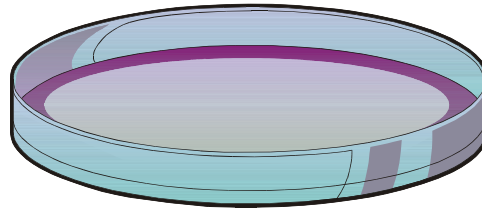
folyadékot. A tok egyik kivezetése olyan, hogy ahhoz egyszer használatos orvosi fecskendőt lehet csatlakoztatni. A szürendő oldatot a fecskendőbe szívjuk fel, és azzal préseljük át a membránon. Különböző külső méretű és pórusméretű membránokkal felszerelt ilyen ún. **membránszűrők** vannak kereskedelmi forgalomban. Sterilizhető, illetve sterilizált változatban is készülnek, melyek alkalmasak lehetnek biológiai mintákból történő baktérium szűrésre is. A kémiai gyakorlatban elsősorban nagyon finom eloszlású, kevés csapadék (opaleszkáló oldat) szűrésére használják ezt a módszert, amikor is a tökéletesen tiszta szűrletre van szükség. Az igen finom csapadék szűréséhez igen kis pórusméretű membránt kell alkalmazni. Az ilyen membránnál olyan nagy nyomás szükséges az oldat átpréseléséhez, hogy azt csak erre a célra készített, speciális nyomó szerkezettel lehet megoldani. Az orvosi fecskendővel jól használható, de kellően hatékony „közepes” membránnak számít a 0,5 µm-es pórusméretű.

3.2.1.3. Egyéb üvegeszközök

Nagyon gyakran használnak a laboratóriumban **üvegbotot**. Az üvegbot különböző vastagságú és hosszúságú lehet. A végén gyakran alakítanak ki egy lapos talpat, így jól használható nedves csapadékok kinyomkodására. Ha kanálszerű részt alakítanak ki az üvegbot végén, hatásosabban lehet keverni vele. A laboratóriumban az üvegbotot leggyakrabban keverésre használjuk. Vegyszeres kanalat, spatulát soha ne használjunk keverésre, még akkor sem, ha jó minőségű, rozsdamentes anyagból készült. Különböző anyagok még nyomnyi mennyiségben is zavart okozhatnak munkánk során. Jól használható az üvegbot akkor is, ha valamilyen tesztpapírral (leggyakrabban ez indikátorpapír) akarunk egy oldatot vizsgálni. Ilyenkor nem mártjuk bele az anyagunkba a papír darabkát, hanem egy üvegbottal megkeverve a vizsgálandó mintát, a nedves üvegbotot érintjük az indikátorpapírhoz. Így a legkisebb mértékben sem szennyezzük a mintánkat. Gyakori hiba az üvegbot használatánál, hogy használat közben letesszük a laborasztalra, amivel egyrészt a botot szennyezzük, másrészt az asztal felülete is sérülhet többféle vegyszer esetében. Ezért mindig úgy járjunk el, hogy vagy egy tiszta szűrőpapír darabra, vagy egy tiszta edénybe (kémcső, főzőpohár, lombik stb.) tesszük le használat közben az üvegbotot. Az üvegbotot hevíteni nem szabad, lángba tartva azonnal széttörik.

Jól használható szilárd anyagok szárítására, átmeneti tárolására a **Petri-csésze**. Ez a lapos edény két, egymásba illő, vékony peremmel ellátott korongból áll. A kisebb átmérőjű rész maga az edény, a nagyobb átmérőjű rész minősül a fedőnek. Ez az eszköz

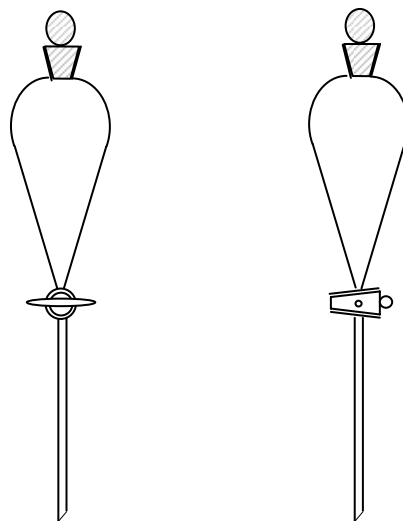
öntött üvegből készül, viszonylag vastag falú, melegítését legjobb elkerülni, legfeljebb vízfürdőn megengedhető.



16. ábra Petri-csésze (tető nélkül)

Elsősorban tömegmérésnél használjuk a **bemérőedényt**. Csiszoltos tetővel ellátott edény, amelynek különböző lehet a mérete, de a legnagyobb is olyan, hogy rá lehessen tenni a mérleg tányéjára. Olyankor célszerű használni, ha illékony folyadékot, vagy nedvszívó anyagot akarunk mérni. A jól záró fedő megakadályozza az edényben levő anyag folyamatos kölcsönhatását a környező levegővel, annak nedvességtartalmával, így az említett anyagok esetében is viszonylag pontos mérést tesz lehetővé. Felhasználásig zárt tárolási lehetőséget is biztosít a bemért anyagnak. A bemérőedény nem melegíthető.

Két, egymással nem elegendő folyadék közötti anyagmegoszlást használja ki az extrakció, vagy olykor „kirázásnak” is nevezett művelet. Erre a célra használják a körte alakú, felül csiszoltos dugóval, alul csiszolt csappal ellátott hosszúszerű, tölcsérszerű eszközt, a **rázótölcsért**, vagy **választótölcsért**. Ez a tölcsér alkalmas arra is, hogy a csap megfelelő beállításával folyadékot csepegtessünk egy rendszerbe, ezért rövidebb szárú változatát **csepegtető tölcsérnek** is nevezik. Melegíteni nem szabad. Csepegtetőként



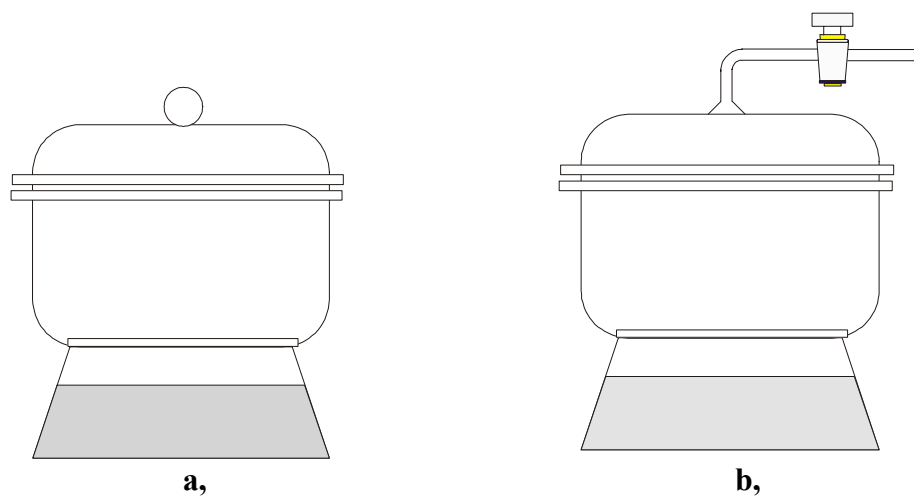
17. ábra Elválasztó tölcsér (rázótölcsér)

történő használata egyértelmű, rázótolcsérként a következő módon használjuk. Használat előtt meggyőződünk arról, hogy a tolcsér csapja és dugója jól zár-e? A használni kívánt oldószert megrázogatva a tolcsérben, nem szabad csepegést észlelni sem a csapnál, sem a dugónál. Általános szabály, hogy az üvegeszközök csiszolatos részeit csapzsírral kenni kell, akkor zárnak jól, a csapok akkor mozognak könnyen. A rázótolcsér kivétel a szabály alól. Gyakran használunk olyan oldószert is extrakciónál, amelyik oldja a zsírt, és elszennyezné az anyagunkat. Ezért a rázótolcsérnél olyan csiszolatokat készítenek, amelyek kenés nélkül is használhatók. Rázótolcsérnél gyakran használnak az említett probléma miatt teflonból készült dugót és csapot, amelyek kitűnően zárnak, könnyen kezelhetők és vegyszerállóak is. A jól záró, elzárt csapú rázótolcsért célszerűen szűrőkarikába állítva és Bunsen-állványba fogva függőleges helyzetben tartjuk. Beleöntjük az egyik folyadék (vagy oldat) fázist, majd a másikat is. A két fázis együttes térfogata olyan legyen, hogy a felső folyadék felszíne ne legyen magasabb a tolcsértest hosszának 2/3-ánál. Dugaszoljuk be a tolcsért, vegyük le az állványról, majd a dugót és a tolcsér nyakát összefogva helyezzük a bal kezünkbe, dugóval lefelé tartva. Jobb kezünkkel fogjuk meg a tolcsért a csapjával úgy, hogy a csap fordító része fölfelé nézzen, és helyezzünk rá mutatóujjunkat. Így fogva a rázótolcsért, forgassuk meg szájával lefelé-fölfelé enyhe rázogató mellett. Nagyon ügyeljünk arra, hogy sem a dugó, sem a csap ne eshessen ki közben. Az extrakció során legalább az egyik oldószert szerves anyag, amelyik gyakran könnyen párolog. Így rázogató körben a tolcsér zárt terében megnő a gőznyomás. Ez elősegítheti a folyadék kiszivárgását, esetleg a dugó vagy a csap kinyomódását. Ezt elkerülendő, „levegőztessük fel” a rendszert az extrakció közben. A fellevegőztetésnél fordítsuk a rázótolcsért bal kezünkbe dugójával lefelé úgy, hogy a szára kb. 45 °-os szögben fölfelé irányuljon. Várjunk néhány másodpercig, hogy a csap környékéről folyjon vissza a folyadék, majd óvatosan nyissuk meg a csapot. A megnőtt nyomás hatására legtöbbször enyhe sziszegéssel távoznak a túlnyomást eredményező gőzök. A csapot elzárva folytatható az extrahálás. A használt oldószert(ek) párologási viszonyaitól függő gyakorisággal ismételjük meg többször a fellevegőztetést a munka során. Az extrakció befejezése után állítsuk függőleges helyzetbe a tolcsért, függőleges tengelye körül körkörös mozdulattal kissé rázogassuk meg, hogy elősegítsük a két folyadékfázis szétválását, majd helyezzük állványra. A dugót vegyük ki, a csap óvatos megnyitásával engedjük le az alsó fázist egy edénybe. Ha az extrakció a felső fázisból történt, adjunk újabb, friss oldószert részletet a tolcsérbe, és ismételjük meg a műveletet. Az alsó fázis extrakciója esetében

engedjük le a felső fázist is (természetesen egy másik edénybe), majd töltjük vissza az alsót, és újabb oldószer-részlettel ismétljük a műveletet.

Nagyon egyszerű, de könnyen, gyorsan kezelhető eszköz a **szivornya**. Ez az egyik végén kissé elszűkített, 15–20 cm hosszúságú üvegcső. Az elszűkített csővéget folyadékba merítve, majd a folyadékfelszín felemelkedése után a cső felső végét mutatóujjunkkal befogva, kevés folyadékot tudunk kivenni egy edényből, és akár csepegtetve tudjuk azt adagolni egy másik edénybe. A szivornyának a modern, egyszer használatos változata az ún. **Pasteur-pipetta**, melynek a vége kapillárisban végződik. Itt a folyadék felszívásához, illetve kinyomásához, csepegtetéséhez egy kis gumi-labdacsot („szemcseppentő” gumi) használunk. Gondos átmosás után természetesen többször is használható a Pasteur-pipetta.

Különböző anyagok igen kíméletes szárítására használható az **exszikkátor**. A vastagfalú, öntött üvegből készült eszköz melegítése tilos! Éppen az az előnye, hogy melegítés nélkül alkalmas szárításra. A szárítóanyagot az exszikkátor alján helyezik el, ami legtöbbször vízmentes CaCl_2 , P_4O_{10} , vagy egy külön edényben akár koncentrált



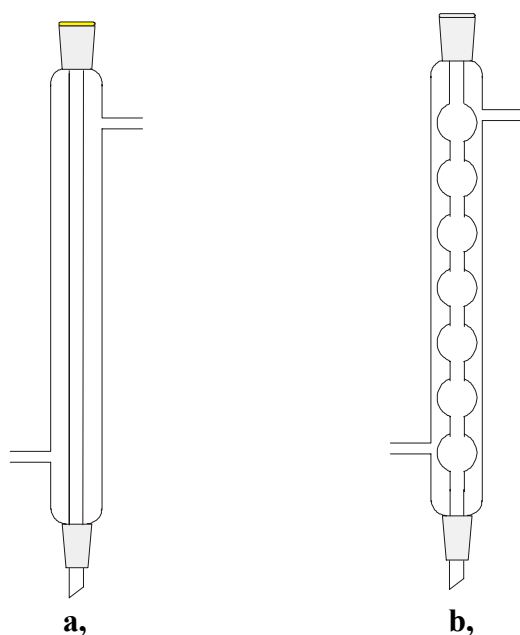
18. ábra Exszikkátor (a) és vákuumexszikkátor (b)

kénsav. Az elszűkülő részre helyezhető a legtöbbször porcelánból készült **exszikkátor betét**, amelyre a szárítandó anyagot egy lapos edényben (pl. Petri-csésze, lehetőleg minél nagyobb felületre szétterítve) helyezik el. Az exszikkátort ezután síkcsiszolatos tetejével lefedjük. A szárító és a szárítandó anyag közös légtere egyensúly beállásra „törekszik”, ami azt jelenti, hogy a szárítandó anyagból párolgó oldószer a közös légtérbe kerül, ahonnan viszont a szárítóanyag megköti az oldószer-gőzöket, és így lassan megszáritja az anyagot anélkül, hogy közvetlenül érintkezne vele. Az exszikkátor

készülhet vákuum elszívó csomakkal is, amit legtöbbször a tetején képeznek ki. A vákuum elősegíti a párologást, így gyorsítja a szárítást. Ez az eszköz a **vákuum-exszikkátor**. Fontos tudni, hogy az exszikkátorok síkcsiszolatos tetejét mindig tisztán, gondosan, vékonyan bezsírozva kell tartani, és a jó zárás érdekében a csiszolatokat nem rányomással, hanem összecsiszogatással kell illeszteni. A tető levételénél is szétcsúsztatjuk és nem leemeljük a tetőt. (A jól zsírozott exszikkátor tetejét gyakorlatilag nem is tudjuk leemelni.)

Gázok víz alatti felfogásánál használják elsősorban a kémiai laboratóriumokban az **üvegkádát**. A vastagfalú eszközt tilos melegíteni, vagy abba akár forró vizet önteni! Törékenysége miatt szívesen helyettesítik az üvegkádát műanyag káddal.

Önálló eszközként nem szoktuk használni a **hűtőket**. Ezek a desztillálásra összeszerelt készülékekben a képződött gőzök hűtéssel történő cseppfolyósítására („lecsapására”) szolgálnak. Legegyszerűbb változata az ún. Liebig-hűtő. Működésének lényege, hogy egy, a kondenzálásra szolgáló hosszabb üvegcsövet köpenyszerűen körbevesznek egy nagyobb átmérőjű üvegcsővel, melyre két csomkot szerelnek, hogy a köpenyben csapvizet áramoltathassanak. A vizet úgy kell bevezetni, hogy annak áramlási iránya ellentétes legyen a belső csőben áramló gőzökével (ellenáram elve). Nagyon sokféle hűtőt használnak. A belső csövet úgy képezik ki, hogy minél nagyobb legyen a felülete. Ezért spirál formában felcsavarják (spirálhűtő), golyó formákat alakítanak ki (golyóshűtő) stb.



19. ábra Liebig-hűtő (a) és golyós hűtő (b)

Gyakori, hogy egy-egy laboratóriumi eszközt önállóan használnak, de éppen az előzőekben láttuk, hogy sokat önállóan nem, csak készülékbe szerelve alkalmaznak. Az önállóan használható eszközöket is sokszor felhasználjuk valamilyen összetett készülék részeként. Ilyenkor az egyszerű eszközöket össze kell illeszteni. Az összeillesztés történhet merev, vagy rugalmas, mozgatható formában. A merev illesztést csiszolatokkal lehet megoldani, ezért a legtöbb lombik, illetve eszköz csiszolattal is forgalomba kerül. Amint arról már volt szó, a csiszolatokat enyhén megzsírozzuk ún. csapzsírral (ez speciálisan ilyen célra készült, kémiaiilag ellenálló kenőanyag). A csapzsír szerepe a kenés mellett a tömítés is. Ma már normál csiszolatokat használnak, ami azt jelenti, hogy az azonos méretű csiszolatok jól illeszkednek egymásba. Bizonyos edényeknél (pl. bemérőedény) ún. egyedi csiszolatot használnak. Ilyenkor az adott csiszolathoz csak a saját párja illeszthető. Ilyen egyedi csiszolata van a későbbiekben tárgyalandó büretta csapnak is. Az egyedi csiszolatok egyik tagjának törése esetén az nem pótolható, az egész csiszolatpár használhatatlanná válik!

Az eszközök rugalmas illesztésénél gumiból, műanyagból (PVC, polietilén) készült csöveket használunk. Természetesen a csatlakozásokat bonthatóan szereljük. A csövek illeszkedését, csúszás elleni védelmét gyakran az üvegvégződések (csonkok) redőzésével biztosítják. Ezt a redőzést **olivázásnak** nevezzük. Ahol nem szükséges nagyobb mozgást biztosítani a készüléknél, ott arra törekszünk, hogy az illesztendő üvegcsonkok összeérjenek (cső-cső csatlakozás), a rugalmas cső csak összeszorítsa, tömítse a két csővég csatlakozását. Természetesen, ha szükség van valamelyik készülékrész elmozgatására, a csatlakozást hosszabb, rugalmas csővel oldjuk meg. Előfordul, hogy a rugalmas csövet toldani kell. Ilyenkor a két végén olivázott átmenetet használunk. Sokszor az eszközök csonkjai nem azonos átmérőjűek, vagy a rugalmas csövek átmérője különböző. Ilyenkor is olivázott átmenetet használunk, csak itt a toldalék két vége különböző átmérőjű kell, hogy legyen. Elágaztatásra ún. **Y-csővet**, vagy **T-csővet** használunk, ahol a név az üvegcső-toldalék alakjára utal.

Üvegből készülnek a **térfogatmérő eszközök** is. Ezeket külön részben tárgyaljuk.

3.2.1.4. A vegyszerek minősége, tárolása, kezelése

Fontos eszközök még a laboratóriumban a vegyszerek tárolására szolgáló vegyszeres üvegek. A gyári kiszerezésű vegyszereket abban az edényben célszerű tárolni, amelyben szállították. A vegyszerek áttöltése mindig magában hordja az elszennyezés veszélyét. A laboratóriumi munkához legtöbbször sok oldatot kell

készítenünk, illetve a nagy mennyiségben kiserelt anyagokból célszerű kisebb adagokat tartani a polcokon a munkavégzés megkönnyítése érdekében. A szélesebb szájú üvegeket **porüvegnek**, a szűkebb szájúakat **folyadéküvegnek** nevezzük. Az üvegeknek ma már csiszolatos üvegdugója van. Ezek is olyan csiszolatok, melyeknek zsírozás nélkül tömíteniük kell, zsírt nem szabad használni. Általános a vegyszerek műanyag edényben történő tárolása is. Ezeket az edényeket csavaros tetővel és megfelelő tömítéssel látják el. Az illékony anyagokat, párolgó savakat olyan csiszolatos üvegdugós üvegben is szokták tárolni, melyeken a dugón kívül egy csiszolatos sapka is van. Ezek az ún. **savüvegek**. Ha az üvegdugóba egy alul elszűkülő csövet forrasztanak, jól használhatók kis mennyiségű oldat kivételére, csepegtetésére. Ezek a **csepegtető üvegek**, elsősorban indikátor-oldatok tárolására alkalmasak. Nagyon fontos, hogy a vegyszeres üvegeket mindig lássuk el címkével, amelyiken jól olvashatóan tüntessük fel, mi van benne. Oldatok esetén a koncentrációt, szilárd anyag esetében a vegyszer gyártmányát és tisztaságát is tüntessük fel. **A vegyszerek tisztaságát** a következő módon szokás megadni:

	Más megnevezés, latin jelölés	Rövidítés a magyar terméken	Jellemző
Nyers	technikai, crudum	tech.	Tisztítatlan termék
Tisztított	depuratum	–	Csak a nagyobb mennyiségű szennyezéstől tisztított
Tiszta	purum	t.	Csak kis mennyiségű szennyezést tartalmazhat
Legtisztább	analitikai tisztaságú, purissimum	at.	Elenyésző mennyiségű szennyezést tartalmaz
Analitikailag tiszta	analitikailag legtisztább, pro analysi	a.lt.	Gyakorlatilag nem tartalmaz szennyezést, a nyomnyi szennyezőket általában megadják.
Spektrográfiailag tiszta	–	spec.pur	Általában nagy tisztaságú, standardként használt anyagok. A nyomnyi szennyezéseket kísérő lapon pontosan megadják.
Gyógyszerkönyvi minőség	Pharmacoepa Hungarica VII.	Ph. Hg. VII.	A VII. (legújabb) Magyar Gyógyszerkönyvben leírt tisztaság. Általában megfelel a „legtisztább” minőségnek.

A táblázatban megadott leírások nem igazán egzakta. A „kis mennyiségű szennyezés”, „elenyésző mennyiségű” nem egyértelműen meghatározható fogalmak. Az új szabványok szerint pontosabban kell megadni a vegyszerek tisztaságát, amit a gyártó (csomagoló) cég katalógusában, illetve a vegyszeres edényén meg is ad. Munkánk során ezt érdemes figyelembe venni. Megjegyezzük, hogy elsősorban nagytisztaságú

fémeknél szokás megadni a tisztaságot ún „kilencesekkel”. Például egy „négykilences” tisztaság 99,99 %-os tisztaságot, egy „öttilences” 99,999 %-os tisztaságot jelent, azaz a szennyezés maximálisan 0,01 %, illetve 0,001 % lehet.

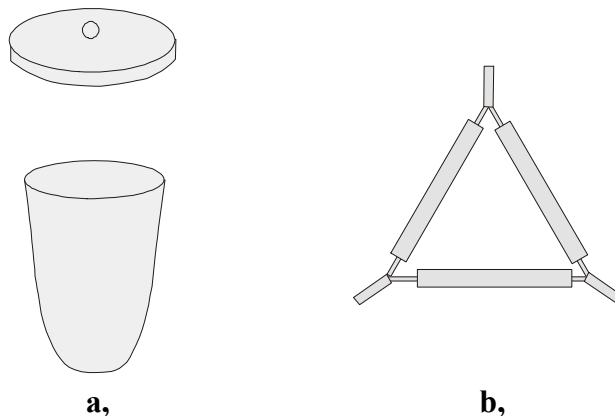
Itt említjük meg a **vegyszeres edények szabályos kezelését**. Szilárd vegyszert mindig kanállal vagy spatulával vegyünk ki, és a már kivett vegyszert soha ne szórjuk vissza. Oldat, folyadék kivételénél soha ne nyúljunk az üvegbe szivornyával vagy pipettával. Mindig csak öntsük a vegyszert az üvegből. Némi gyakorlat után kis mennyiség kiöntését is meg tudjuk valósítani. Mielőtt folyadékot öntenénk ki egy üvegből, természetesen kivesszük a dugóját. Ezt azonban lehetőleg ne tegyük le az asztalra, kiöntés közben tartsuk ujjaink között. Ha mégis le kell tennünk, mindig lapos felével lefelé tegyük le, soha nem az üvegből kihúzott részével. A dugó visszatétele előtt egy darabka tiszta szűrőpapírral itassuk fel az üveg nyakára belül feltapadt folyadékot, oldatot. Használat után a vegyszeres edényt tegyük vissza a megszokott helyére. Akár a hallgatói gyakorlaton, akár egy munkahelyen csak így tudjuk biztosítani, hogy munkatársaink is könnyen megtalálják a vegyszert.

Ha pipettával kell bemérnünk egy oldatból, és az oldatot csak magunk használjuk, természetesen belenyúlhatunk az üvegbe. A közösen használt oldatok esetében ilyenkor egy tiszta, száraz edénybe töltünk ki előzőleg az oldatból, a bemérésünket ebből végezzük el.

3.2.2. Porcelán eszközök

Már említettük, hogy a Büchner-tölcsér készülhet porcelánból is, ez erősebb, ha szükséges, jobban tartja a meleget.

Magasabb hőmérsékleten is izzíthatunk, akár kemencében is a **porcelán tégelyben**. Ha Bunsen-égővel, szúrólángon akarunk hevíteni egy tégelyt, akkor azt



20. ábra Porcelán tégely (a) és drótháromszög (b)

vasháromlábra helyezük egy ún **drótháromszög** segítségével. Ez előbbi, mint nevében is benne van, drótból készített háromszögletű tartó. A háromszög oldalait kerámia (mázatlan porcelán) gyűrűvel védik a túlhevüléstől, elégéstől. **Porcelánból bepárlótálat** is készítenek, amit óvatosan, betétes dróthálón lehet hevíteni. Jellegzetes porcelán eszköz a laborokban a **dörzsmozsár (dörzscsésze)** a törővel. (Ez utóbbit **pisztulusnak** is nevezik.) Vastag edényről lévén szó, melegíteni tilos. A dörzsmozsár



21. ábra Dörzsmozsár és törője

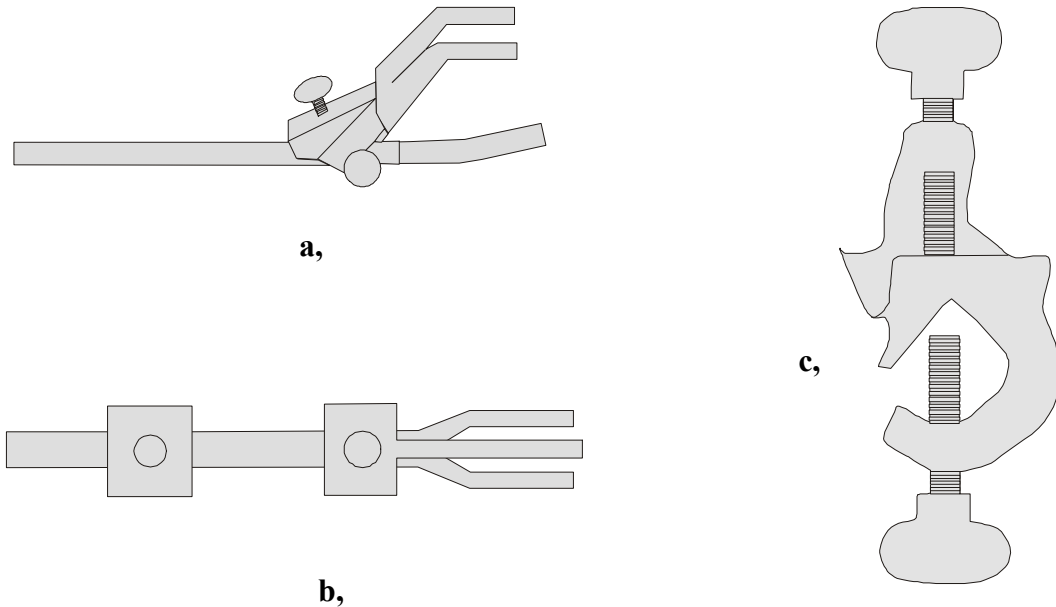
szilárd anyagok finomra porítására szolgál. Használata során dörzsöléssel porítunk, nem ütögetéssel. A dörzsmozsarakat belül mázas és mázatlan formában gyártják. A mázas formában hosszabb ideig tart az aprítás, de kisebb lesz az anyagveszteség, míg a mázatlan, durva belsejű csészében hatékonyabb, gyorsabb a porítás, de lehet egy kis anyagveszteség a porcelán pórusaiban.

3.2.3. Fémből készült eszközök

3.2.3.1. Általánosan használt fémeszközök

Korábban már volt szó a **Bunsen-** és a **bürettaállványról**, (ezt nevezik **szűrőállványnak** is) a **vasháromláb**ról a **dróthálóról** és a **drótháromszögről**. Ha fel kell szerelni az eszközöket, berendezéseket, szinte mindig Bunsen-állványra szereljük. Kivételt képez, ha a laboratóriumban rendelkezésre áll ún. **szelőlőfal**, ami egy asztalra vagy falra szerelt, vékony, hengeres rudakból álló rács. A szerelést **fogókkal** végezzük (**lombikfogó**, **bürettafogó**). A fogók szétnyíló, félköríves két pofáját kézzel kezelhető csavarral lehet összeszorítani, ide fogjuk be a laboratóriumi edényeket. A fogók másik vége kétféle lehet. Az egyik típusnál egy olyan vályú van kiképezve, melybe illeszkedik az állvány függőleges rúdazata, és ezt a részt egy kézi csavarral lehet rögzíteni. A fogók másik típusa egy vékony rúdban végződik. Ezeket a fogókat csak úgy lehet rögzíteni az állványhoz, ha egy másik fogót is alkalmazunk. Ez az „átmenő” fogó az ún. **kettősdíó**, ami valójában két, egymásra merőleges tengelyű vágatot tartalmaz két szorító csavarral. Az egyik csavarral a kettősdíót az állványhoz lehet rögzíteni, a másik csavarral pedig a fogó szárát a kettősdíóhoz. A kettősdíót mindig úgy kell felszerelni, hogy a fogót tartó

vágot felfelé nézzen, azaz a szorító csavar meglazításával ne eshessen ki a fogó. Az állvány függőleges rúdján pedig úgy fordítsuk a kettősdíót, hogy a szorító csavarorsó látható legyen. Így könnyen észrevehető, ha valami probléma, lazulás van a szerelésnél.

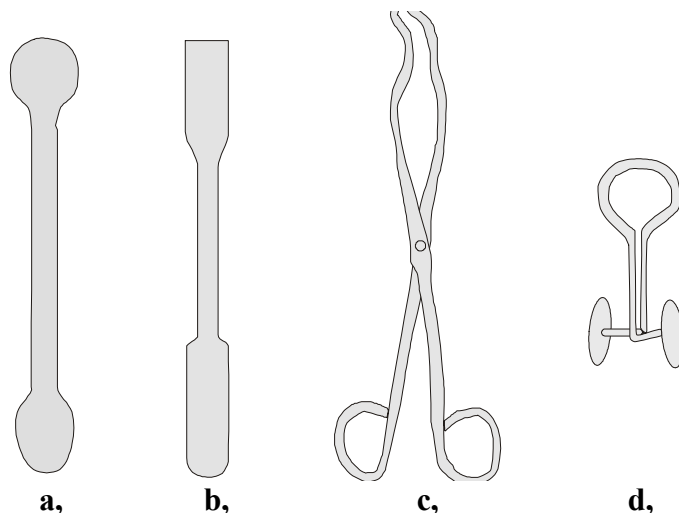


22. ábra Fém eszközök: lombikfogó (a), bürettafogó (b) és kettősdíó (c) (Az ábra nem méretarányos!)

A már említett hűtők meglehetősen nehéz eszközök, különösen ha az átfolyó hűtővíz is rájuk van kötve. Ezek befogására használjuk a viszonylag nagy méretű **hűtőfogókat**. Ezeknél egy külön csavarral állítható a befogott hűtő állványhoz viszonyított szöge is. A fogóknál a szorító pófák belsejét parafával bélelik, amivel egyrészt kevésbé merevvé teszik a befogást, ugyanakkor bizonyos fokú hőszigetelést is biztosítanak.

Nagyon általános fém eszköz a rozsdamentes (vagy krómozott) **vegyszeres kanál**, illetve a **spatula**. A kettőt olykor kombinálják is, ez a **spatulás-kanál**. Tégelyeket is készítenek fémből (nemcsak porcelánból). Az alkalmazott anyagok minőségétől és az elérendő hőmérséklettől függően használhatunk **acél, nikkelt és platina tégelyt**. Az utóbbinál fontos megjegyezni, hogy magas hőmérsékleten is nagyon ellenálló, de kéntartalmú vegyületeket ne hevítsünk benne, könnyen tönkremehet. Hasonló a helyzet, ha tömény sósavval, erős oxidatív közegben hevítünk valamit platina tégelyben. A tégelyeket hevítés után csak fogóval tudjuk megfogni. Erre a célra készülnek a **tégelyfogók** rövidebb, olykor igen hosszú nyéllel. A hosszúnyelű fogót akkor használjuk, ha magas hőmérsékletű kemencéből akarunk tégelyt kivenni. Ilyenkor

a sugárzó hő is olyan erős, hogy csak 50–60 cm-re tudjuk megközelíteni a nyitott kemenceajtót.



23. ábra Vegyzseres kanál (a), spatula (b), tégelyfogó (c) és Mohr-szorító (d)

Rugalmas csövek keresztmetszetének szűkítésére, lezárására használhatók a szorítók. A **Hoffmann-szorító**val állítható a szorítás mértéke, a **Mohr-szorító**val csak zárást és nyitást tudunk megvalósítani. Ezeknek a szorítóknak nagy az önsúlyuk. Ma már többféle, műanyagból készült szorító van forgalomban, melyekkel a legkülönbözőbb méretű és anyagú rugalmas csövek átbocsátóképességét lehet szabályozni.

A laboratóriumi munka során, ha látszólag tiszta is a kezünk, a bőrfelület nedvességet, vegyszerszennyezést tartalmazhat. Ezért, ha valamit „tisztán” akarunk megfogni, **csipeszt** használunk. Leggyakoribb, hogy pl. indikátorpapírt nem az ujjaink közé fogva mártunk egy oldatba, hanem csipesszel. Ilyenkor a „védelem” általában kölcsönös, nemcsak az indikátort védjük kezünk szennyezésétől, hanem kezünket is az oldat fölötti gőztér esetleges behatásától. Durva hiba, ha csipesszel akarunk valamit gázégő lángjába tartani. Magas hőmérsékleten a csipesz megsérül, elvesztheti keménységét, „beleéghet” valamilyen anyag. Ha lángban akarunk valamit vizsgálni, azt vagy egy darab porcelándarabkával tartjuk a lángban, vagy egy rozsdamentes (esetleg platina) dróttal, melyiknek a másik felét egy dugóba szúrjuk, hogy a felforrósodott drótot kézzel megfoghassuk.

3.2.3.2. A dugófúró sorozat és a dugófúrás

A fémeszközök utoljára említett képviselője a **dugófúró-sorozat** és élesítője. Elsősorban készülékek összeszerelésénél lehet szükség dugók fúrására, azonban

manapság már csiszolatokkal, különböző mozgatható teflontömítéses csatlakozásokkal szinte teljesen kiválthatók a dugók ezen a területen. Néha előfordul, elsősorban gázokkal végzett munkánál, ahol nagyon megbízható tömítésre van szükség, hogy egy többfúratos gumidugóval gyorsabban és hatékonyabban tudunk dolgozni. Ezért röviden áttekintjük a dugófúrás műveletét is.

A dugófúró-sorozat különböző átmérőjű, egyik végükön kielezett acélcsövekből áll. A csövek másik végét úgy alakítják ki, hogy azt könnyen lehessen kézzel mozgatni (kézi dugófúró), vagy dugófúró gépbe szerelni (gépi dugófúró). **A kézi és a gépi fúrás** lépései azonosak, csak a gépi fúrásnál egy korongot forgatunk, ami önsúlyánál fogva le is nyomja a fúrót és közben forgatja is. Parafadugó fúrása előtt 15–20 percig vízben áztatjuk a dugót, hogy roncsolás nélkül puhíthassuk. A nedves dugót dugópuhító géppel, ennek hiányában egy kis fa lappal az asztal felületén hengergetés közben erőteljesen megnyomkodjuk. Ilyenkor a dugó rugalmassá válik. (Ha nem nedvesítjük meg a dugót puhítás előtt, nyomkodás hatására a természetes repedései mentén széttörhet.) Természetesen gumidugónál ezt az előkészítést nem végezzük el. Tulajdonképpen még a művelet elvégzése előtt kell kiválasztanunk a megfelelő méretű dugót. A méret akkor helyes, ha azt (parafadugónál a puhítás után) a zárandó nyílásba helyezve a dugó fele, de legalább 1/3-a kívül marad. A következő lépés a dugófúró méretének kiválasztása. Parafadugónál az illesztendő eszköz átmérőjéhez képest kicsivel kisebb, gumidugónál kicsivel nagyobb átmérőjű fúró a megfelelő. Előbbi esetben majd hengeres reszelővel tudjuk pontosan méretre alakítani a fúratot, utóbbi esetben figyelembe vesszük, hogy fúrás után a gumi rugalmassága miatt a fúrat kissé összeszűkül. A kiválasztott fúrót közvetlenül fúrás előtt megélesítjük az erre a célra készített élesítővel. A fúrandó dugót nagyobb átmérőjű lapjával lefelé ráhelyezzük egy kis lapra. A fúró végét a fúrandó helyre illesztjük és enyhe, lefelé irányuló nyomással forgatni kezdjük. Erős nyomást nem célszerű alkalmazni, mert ez a munka minőségét rontja. Egy idő után megvizsgáljuk a dugó lefelé fordított lapját, hogy a fúrás hatására nem jelent-e meg ott kidudorodás? Amikor ez megjelent, fordítsuk felfelé most ezt a lapját, és erről az oldalról is kezdjük el a fúrást. Ez utóbbi módon érhetjük el, hogy a fúrással ellenkező oldalon ne legyen töredezett, szakadozott a fúrat széle. A fúrás befejezése után parafadugónál egy hengeres reszelővel lesimítjük a fúrat belsejét. Gumidugónál a fúrás kenés nélkül nehezen megy, a fúró hamar megszorul. A fúró néhány fordulata után ezért csepegtessünk vizet, vagy glicerint a megkezdett fúratba, és

így folytassuk a munkát. A kenést megszorulás esetén ismétljük meg. (Ásványolaj terméket ne használjunk kenésre, mert ez a gumit károsítja!)

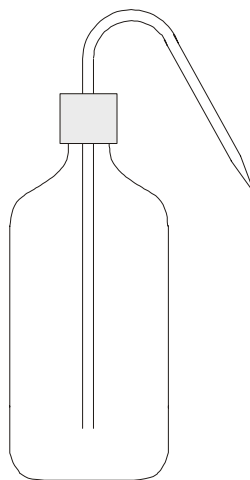
3.2.4. Fából készült eszközök

Kevés eszköz készül fából. A jó minőségű fa használatát ilyen célra az indokolja, hogy a belőle készült eszközök kissé rugalmasak, üvegeszközöket így véletlenül nekikocantva azok nem repednek el, viszonylag jó hőszigetelők, ezért forró edények velük érintkezve nem törnek el, különösen impregnálva, rövid ideig tartó hőmérséklet-emelkedésnek is ellenállnak.

Gyakran készül fából a **kémcsőállvány**, a **kémcsőfogó**, a **gömblobbik-talp** és a különböző **alátétek**. Ez utóbbiakat akkor használjuk, ha egy szerelésnél emelni kell valaminek a magasságát. Erre a célra is vannak ma már csavarral szabályozható magasságú **emelő állványok**.

3.2.5. Gumiból, műanyagból és egyéb anyagból készült eszközök

A már említett eszközökön kívül ide sorolható a **fecskendő palack**. Ma már kizárólag azt a változatát használják, amelyik műanyagból készül. Maximálisan 1 dm³-es műanyag flakon, melyet csavaros tetővel láttak el. A tető át van fúrva, és bele van illesztve egy, a külső végén kihúzott végű, szintén műanyag cső. A cső másik vége belül az edény aljáig ér. Desztillált vízzel megtöltve, az edény falának megnyomásával kisebb-nagyobb vízmennyiséget tudunk kifecskendezni különböző edényekbe. A



24. ábra Fecskendő palack

nyomás megszűntetésével az edény rugalmas fala igyekszik felvenni eredeti alakját, és ilyenkor a kivezető csövön levegő szívódik be a palackba. A fecskendő palackból nagy

tisztaságú desztillált vizet szokás adagolni, így természetes, hogy bármilyen szennyezést távol kell tartani az edény tartalmától. Ha feltöltjük a palackot, a feltétjét ne tegyük le, tartsuk a kezünkben, ellenkező esetben a vízbe nyúló cső könnyen szennyeződhet. A víz adagolásakor ne érintsük a fecskendő cső végét szennyezett edény falához. A levegő beszívásakor a csőben maradt víz is visszafolyik, ami a külső szennyeződést bemoshatja az edénybe. Az illkony anyagokra is kell gondolnunk, pl. tömény HCl-oldatra. Ha ilyen anyag van egy edényben, a folyadék fölötti légteret ennek az anyagnak a gőzei töltik ki. Vizet adagolva az ilyen edénybe, csak akkor szüntessük meg a fecskendő palackra gyakorolt nyomást, ha a fecskendő végét eltávolítottuk a gőztérből.

Többféle laboratóriumi edényt gyártanak ma már műanyagból is. Ezek előnye, hogy nem törékenyek, de hátrányuk, hogy legtöbbször nem tökéletesen átlátszók és nem melegíthetők. A hidrogén-fluorid és oldata megtámadja az üveget, ezért ezzel az anyaggal csak műanyag edényben dolgozhatunk.

Ebben a részben célszerű megemlíteni a szennyezett laboratóriumi edények tisztításánál használt különböző méretű és alakú **mosókeféket** (kémsómosó kefe, lombikmosó kefe). Azt gondolnánk, hogy a laboratóriumi mosogatás nagyon egyszerű, mindenki által könnyen elvégezhető művelet. Ez legtöbbször így is van, azonban jó tudni, hogy a kefével, spatulával végzett fizikai tisztítást csak az után alkalmazzuk, ha a szennyezés nagy részét már kioldottuk az edényből. Ez a kioldás a legkülönfélébb vegyszereket igényelheti attól függően, hogy mi a kioldandó szennyeződés. Célszerű mindjárt használat után kitisztítani a laboratóriumi eszközöket, mert ekkor még biztosan tudjuk, hogy mi okozta a szennyeződést, illetve az is gyakran előfordul, hogy állás közben átalakul a szennyeződés. Komoly balesetet is okozott már, amikor a veszélytelen, visszamaradt anyag állás közben robbanékony vegyületté alakult.

3.2.6. A laboratórium beépített felszerelései

A szokásos bútordarabokon, felszereléseken kívül vannak olyan eszközök is, amelyek jellemzőek a laboratóriumokra, de ott beépítésre, felszerelésre kerülnek.

A **vegyifülke** minden komolyabb laboratóriumban megtalálható. Falba épített vagy a falhoz szorosan csatlakozó, nagy méretű fülke, melynek a belső (munka-) terét lemosható csempével burkolják, és légelszívó berendezéshez csatlakoztatva, a szellőztetéséről is gondoskodnak. A fülke elülső részén le-fel húzható átlátszó, üvegezett ablak van. Ártalmas gázok gőzök képződésével, folyadékok szétfroccsenésével járó munkákat fülkében végzünk. A fülke ablakát a használat során nem húzzuk le teljesen, 30–40 cm nyílást hagyunk alul. Itt tudunk benyúlni a fülkébe, és

itt biztosítjuk, hogy a fülkéből elszívott levegő helyére friss levegő áramolhasson. Abban az esetben, ha a végzendő munka bizonyos stádiumában előre nem ismert hevességű lehet egy reakció, akkor természetesen teljesen lehúzzuk a fülke ablakát és távol állunk tőle.

A már említett **dugópuhítót** és **dugófúró gépet** az asztalra szokás csavarozni. Ezekkel az eszközökkel már csak ritkán találkozunk a laborokban.

Nagy súlyuknál fogva nem igényelnek külön rögzítést a szintén már említett **száratószekrények** és **izzítókemencék**. Ezeknél az eszközöknél figyelembe kell venni az elhelyezésnél, hogy milyen a hőszigetelésük. Gyengébb szigetelés esetén rossz elhelyezésük akár tüzet is okozhat!

Szinte minden laborban felszerelnek egy-két vízcsapra **vízszugár-légszivattyút**. Ezekkel az igen egyszerű berendezésekkel könnyen tudunk olyan vákuumot létesíteni, amelyik a leggyakoribb laboratóriumi műveletekhez (pl. a már leírt vákuumszűrés) elegendő. A készüléket leggyakrabban üvegből készítik, de készülhet fémből is. Egy vízcsapra szerelt, a végén erősen elvékonyodó csőből áll, amelyet a cső elszűkülésénél egy nagyobb átmérőjű köpennyel (egy kiöblösödő másik üvegcsővel) vesznek körül. A vízcsap teljes megnyitása után a nagy sebességgel áramló víz levegőt ragad magával a külső köpenyből, ahol ezért vákuum képződik. Ide egy csatlakozó csonkot építenek be, ahol a vákuumtér egy rugalmas csövön át összeköthető a kívánt készülékkel. A vízlégszivattyú csapjának nyitási és zárási szabályáról a szűrésnél már szoltunk!

3.3. Műveletek gázokkal, a gázfejlesztés és a gázpalackok

Sok olyan laboratóriumi feladat lehet, amelynek során valamilyen gáz vagy gőz képződik. Tudjuk hogy ártalmas, vagy tűzveszélyes gázok megjelenése esetében vegyifülkében kell dolgoznunk. Az sem ritka, hogy valamilyen gázt fel akarunk használni a munkánkhoz. Ilyenkor a gázt elő kell állítanunk, vagy a kereskedelmben acélpalackokban forgalomba hozott gázt kell a rendszerünkbe vezetni.

Viszonylag sokféle gázt hoznak forgalomba kisebb-nagyobb méretű acélpalackokban. Ezek használata gyors, kényelmes, de olykor meglehetősen költséges. Ha kis mennyiségű és/vagy különlegesebb gázra van szükségünk, célszerű azt laboratóriumban előállítani ún. gázfejlesztő készülékekben.

3.3.1. Gázfejlesztő készülékek

Nagyon jól használható a **Kipp-készülék**. Sajnos, csak néhány gáz előállítását lehet segítségével megvalósítani. A készülék szilárd anyag és folyadék kölcsönhatásával

előállítható gázoknál használható. A használatot az a követelmény korlátozza, hogy a szilárd anyagnak nagy darabokban kell lennie, és ennek a darabosságnak a reakció során is meg kell maradnia, nem porladhat el az anyag. Ennek a feltételnek csak kevés anyag felel meg, gyakorlatilag csak a darabos cink (H_2 -előállítás), a vas(II)-szulfid (FeS) (H_2S -előállítás) és a márvány ($CaCO_3$) (CO_2 -előállítás). CO_2 -ot gázpalackból is könnyen nyerhetünk, így elsősorban H_2 - és H_2S -gáz előállítására használnak Kipp-készüléket. Különösen fontos a H_2 -fejlesztés, mert a H_2 -t tartalmazó gázpalackok használata a gáz különösen nagy robbanásveszélye miatt erősen korlátozott.

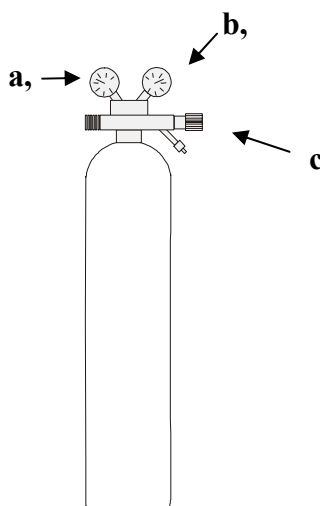
A Kipp-készülék három gömbszerű részből áll. A felső rész valójában egy olyan gömbben végződő tölcser, melynek szára lenyúlik az alsó gömb alá. Egy H_2 -fejlesztésre összeállított, de éppen használaton kívül lévő készülékben az anyagok megoszlása a következő: A középső gömbben, alul, egy rostélyon helyezkedik el a darabos (granulált) elemi cink és fölötte a már képződött H_2 -gáz, melynek olyan nagy a nyomása, hogy egyensúlyt tart azzal a folyadékoszlop-nyomással, ami az alsó és felső gömbben lévő szintkülönbség között kialakult. A folyadék a részben már elreagált, eredetileg 25–30 %-os kénsavoldat (vagy 20 %-os sósav lehet). A Kipp-készülék előnye, hogy gázkivételre mindig készen áll. A középső gömbből kinyúló csakon levő csapot kell óvatosan megnyitnunk a gáz kivételéhez. Ilyenkor csökken a gáznyomás a készülékben, ezért a felső gömbből sav áramlik az alsó gömbbe, megemelve ott a folyadék szintjét. A szint annyira megemelkedik, hogy eléri a cinket, és megindul a gázfejlődés, így folyamatosan üzemelhet a készülék. Ha már nincs szükségünk hidrogénre, elzárjuk a kivezető csapot. A gáz tovább fejlődik a zárt térben, és a növekvő nyomás felnyomja a savat ismét a felső gömbbe. Miután a sav felszíne az alsó (középső) gömbben lesüllyed, a cink szabadon marad, megáll a gázfejlődés, és „beáll” a már említett egyensúly a gáz nyomása és a hidrosztatikai nyomás között.

A másik gyakran használt eszköz az **egyszerű laboratóriumi gázfejlesztő**. Ezt akkor használhatjuk, ha egy szilárd anyagból és folyadékból, vagy két folyadékból (oldatból) fejlesztünk gázt. A szilárd anyagot, vagy az egyik folyadékot egy frakcionáló lombikba helyezük, aminek nyakába egy csepegtető tölcserrel illesztünk. A csepegtető tölcserbe kerül a másik folyadék, melynek becsepegtetésével megindul a gázfejlődés, és a fejlődő gáz a frakcionáló lombik oldalsó csövén távozik. Előfordul, hogy egy szilárd anyag hevítésével állítunk elő gázt, ilyenkor elegendő csak a frakcionáló lombik használata, természetesen a csepegtető tölcser helyén bedugaszolva. Az egyszerű gázfejlesztő előnye, hogy melegítést is lehet alkalmazni (mégpedig akár közvetlen

lánggal is). Hátránya viszont, hogy a gázfejlődés nem állítható le, csak a készülék szétszedésével, a reagáló anyagok keverékének felhígításával, kimosásával. Nagyon fontos balesetvédelmi szabály, hogy ezt a műveletet is fülke alatt végezzük, mint általában a gázfejlesztést, hogy a készülékből kiáramló gáz ne szennyezze a laboratórium levegőjét!

3.3.2. A gázpalackok

Laboratóriumban többféle gázt használunk gázpalackból. Ezek erős falú acélpalackok, melyekben a gáz vagy folyékony, vagy gáz halmazállapotban van nagy nyomáson (150–200 bar). Ha az adott gáz kritikus hőmérséklete szobahőmérséklet felett van, a gáz cseppfolyós (CO_2 , Cl_2 , SO_2 , NH_3), ha szobahőmérséklet alatt, gáz halmazállapotban (N_2 , O_2 , Ar , H_2) van jelen. A palackba zárt, gáz halmazállapotú gázok mennyisége arányos a nyomásukkal, ilyen esetben a gáz fogyása nyomásmérővel



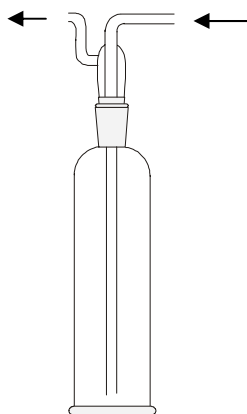
25. ábra Gázpalack redukáló szeleppel (nagy- (a) és kisnyomású manométer (b), túszelep (c)

nyomonkövethető. A cseppfolyós gázok fölötti gőznyomás értéke csak a hőmérséklettől függ, de változatlan marad a gáz fogyása során. Akkor kezd csak csökkenni, ha már olyan kevés gáz maradt a palackban, hogy a folyadék fázis „elfogy”, tehát gyakorlatilag kiürült a palack. Ilyen gázok esetében a gáz fogyását csak tömegméréssel lehet követni.

Akár a telített gőznyomásokat, akár az összepréselés mértékét tekintjük, ezek több tízszeresei, vagy több mint százszorosai a normális légköri nyomásnak. Ezért a gázokat a palackból nyomáscsökkentő szelepen (redukáló szelep, reduktor, ventil) keresztül „vesszük ki”. Kivételt képeznek az agresszív, igen reakcióképes gázok (Cl_2 , NH_3 , SO_2), ugyanis ezek esetében igen hamar tönkremenne a szelep, ezért ezeknél csak

egy rugalmas cső csatlakozásár alkalmas toldalékot szerelünka palack menetes kivezető csonkjára. A redukáló szelepet ugyanerre a csonkra szereljük a nem agresszív gázoknál. A redukáló szelep elnevezés valójában egy olyan összeépített szerkezetre vonatkozik, amelyik a tényleges szabályozó membránszelepen kívül két nyomásmérőt is tartalmaz. A felszerelés után a palackhoz közelebb eső mérő a palackban uralkodó nyomást méri, míg a külső a csökkentett nyomást. A „szelep” egy túszeleppel szabályozható, rugalmas cső számára kialakított toldalékkal végződik.

Meg kell említenünk, hogy gázzal soha nem tanácsos úgy dolgozni, hogy annak áramlási sebességéről, ha csak közelítőleg is, de ne tájékozódni. A legegyszerűbb módszer, hogy a gázt egy ún. **egyszerű gázmosón (buborékszámológón)** áramoltatjuk át. Gyors gázáramnak számít a 2–3, lassú gázáramnak az 1–1 buborék másodpercenként. A buborékszámolást gyakran összekötik a gáz szárításával is. Ha a buborékszámológóban használt folyadék tömény kénsav, megköti a gázban levő vízgőzt. A gázmosóban



26. ábra Gázmosó (A nyíl iránya megfelel a szabályos gáz bevezetésnek)

használt folyadék kiválasztásánál igen fontos követelmény, hogy ne reagáljon az adott gázzal (az erősen bázikus ammóniagáz és a tömény kénsav kölcsönhatása pl. robbanásszerűen heves lehet!). Gyakran használunk a buborékszámológóban egyszerűen vizet. Ügyeljünk azonban arra is, hogy az adott gáz oldékonysága vízben ne legyen túl nagy (NH_3 , HCl), mert ilyenkor egy pillanat alatt „beszippantja” a vizet a gázfejlesztő. Víz helyett ilyenkor paraffinolajat célszerű használni. Gáz szárítására gyakran használunk szilárd anyagot is erre alkalmas szárítókból. Ezekben a gáz áramlásának mértékét nem tudjuk ellenőrizni, ezért ezek mellett is alkalmazunk buborékszámológót. Száraz gáz áramlását szintén paraffinolajjal töltött buborékszámológóval detektálhatjuk.

A gázpalackból vett gáz esetében is a buborékszámológó az első eszköz, amin átvezetjük a gázt. Itt különösen fontos az áramlási sebesség „beszabályozása”, mert könnyen túlléphetjük a kívánatos mértéket. A gázpalackból történő gázkivétel a következő módon történik:

- A gázpalackra felszereljük a redukáló szelepet, ügyelve a jó tömítésre, hogy a csonknál ne legyen „kifúvás”.
- Ellenőrizzük jobbra-balra csavargatással, hogy a szelep membránszelepe el van-e zárva (ez akkor van elzárva, ha az ütközőcsavarja ki van lazítva!!)
- Szintén jobbra-balra csavargatással győződjünk meg a túszelep elzárt állapotáról is!
- Nyissuk meg a gázpalack szelepét (ekkor a nagynyomású mérő mutatja a palackban uralkodó nyomást)!
- Csatlakoztassunk egy buborékszámológó gázmosót a szelep végéhez!
- Nyissuk ki viszonylag nagymértékben a túszelepet (jó redukálószelep esetében ilyenkor nem szabad áramlást észlelni)!
- Nagyon óvatosan, fokozatosan csavarjuk befelé a membránszelep ütköző csavarját, és közben figyeljük a buborékszámológó működését!
- Addig csavarjuk az ütköző csavart, amíg megindul a buborékolás, majd óvatosan növeljük az áramlás sebességét a buborékszámológó folyadékának erős, de nem kicsapódást eredményező zubogásáig.

– Ekkor a túszelep becsavarásával állítsuk be a kívánt áramlási sebességet!

– A továbbiakban, ha szükséges, csak a túszeleppel állítsunk az áramlási sebességen.

Az ilyen beállítás mellett elkerülhető, hogy a túszelep véletlen megcsavarásával túl nagy nyomás kerülhessen munkarendszerünkbe. A gázkivétel megszüntetésénél először a gázpalack szelepét zárjuk el. Egy idő után kezd csökkenni a nagynyomású mérőn a kijelzett nyomásérték. Ha ez nem következne be, nem zártuk jól el a palack szelepét. Ügyeljünk arra, hogy az elzáráshoz lehetőleg ne használjunk szerszámot. Ha pusztán kézzel nem tudjuk elzárni, meghibásodott a szelep, csak átmenetileg zárjuk el szerszámmal, és mihamarabb forduljunk szakemberhez. A hibás gázpalackok használata igen komoly baleseti veszélyt jelenthet! Az előbbi műveletek során nem esett szó a kisnyomású térben elhelyezett nyomásmérőről. Ennek az az oka, hogy ez a mérő gyakorlatilag nem is jelez, olyan kis nyomásokkal dolgozunk egy-egy szokványos laboratóriumi munka során. A forgalomban levő nyomáscsökkentő szelepek nagyrészt ipari célokra készülnek, ahol jóval nagyobb csökkentett nyomások mellett dolgoznak.

Sok, laboratóriumok számára készült praktikumban azért nem az előbbieken leírt sorrendet követik a gázpalackok kezelésének leírásánál, mert feltételezik, hogy laboratóriumi célra készült nyomáscsökkentő szelepet használunk. A gyakorlatban azonban ez ritkán van így, az ipari reduktorok könnyebben hozzáférhetőek és jóval olcsóbbak.

Itt, a gázokkal történő munka leírásánál kell megemlíteni, hogy mindig gondosan kell ügyelni arra, hogy ne dolgozzunk zárt rendszerben. (Vannak kifejezetten nagy nyomás alatt működő berendezések is, de ezek általában speciális eszközök, használatukról itt nem szólunk.) Ez nem azt jelenti, hogy minden kísérleti összeállításunk a szó szoros értelmében úgy nyitott, hogy szabadon érintkezik a külső környezettel. Oxigénmentes körülmények között is dolgozhatunk úgy, hogy a rendszerünk ne legyen zárt. Például, inert gázt vezetünk át egy kísérleti berendezésen, ami tökéletesen kiszorítja a rendszerből a levegőt (oxigént) és a gáz feleslege a készülék végére szerelt buborékszámológán keresztül távozik. Ha a készüléket nem szereljük szét, és abbahagyjuk a gáz bevezetését, ez csak annyit jelent, hogy a végső buborékszámológánál megáll a buborékolás, de levegő nem kerül a rendszerbe, a buborékszámológóban levő folyadékréteg megakadályozza azt. Bármilyen ok miatt, ha megnő a rendszerben a nyomás, ezen a buborékszámológán át szabadon távozhat a gázfelesleg. A **túlnyomás** mellett úgy is védhetünk egy gáz-bevezetéses rendszert, hogy közbeiktatunk egy magas hengerből és egy hosszúszerű T-csőből álló készülék elemet. A hengerbe zárófolyadékot öntünk, melybe belenyúl a T-cső hosszú szára. A gázt a T-cső vízszintes fején vezetjük keresztül. Ha megnőne a rendszerben a nyomás (pl. dugulás következtében), a gázfelesleg a T-cső szárán, alul kibuborékolhat. A folyadékoszlop magasságával állíthatjuk be azt a nyomást, amit még megengedünk a rendszerben.

Kísérleti berendezésekben az is gyakran előfordul, hogy nem túlnyomás, hanem éppen nyomáscsökkenés lép fel. Ilyenkor az a probléma következhet be, hogy a buborékszámológóban levő folyadékon nem átbuborékol a gáz, hanem éppen fordítva, a folyadék benyomódik a rendszerbe. Ezt a káros jelenséget nevezik „**visszaszívásnak**”. Úgy kerülhető el, ha a buborékszámológó elé egy üres buborékszámológót (gázmosót) kötünk be, de fordított irányban. Ilyenkor a visszaszívott folyadék ebbe áramlik be, nem a készülékünk „hasznos terébe”. A nyomásviszonyok helyreállta után a kiáramlott folyadék visszaáramlik eredeti helyére, az egyenesen bekötött buborékszámológóba.

Említettük már, hogy a hidrogéngáz csak szigorú előírások mellett használható. Különösen vonatkozik ez arra az esetre, amikor a gázt hevíteni kell, vagy meg kell gyújtani. A veszélyt az jelenti, hogy a hidrogén az oxigénnel igen széles térfogatarányok között robbanó elegyet (ún. durranógázt) képez. Ezért a hidrogénnel végzett, hevítéssel járó munka előtt biztosítani kell, hogy a gázhoz oxigén (levegő) ne keveredhessen. Az oxigénmentességről az ún. „**durranógáz-próbával**” tudunk meggyőződni. Ennek kivitelezése a következő. Akár gázfejlesztőből, akár palackból vesszük a gázt, mielőtt a készülékre csatlakoztatnánk a gázbevezető csövét biztosítani kell egy állandó, közepes gázáramot. A már tisztának feltételezett gázt fogjuk fel víz alatt egy üveg- vagy műanyag kád segítségével. A készülékünktől távolabb gyűjtünk meg egy Bunsen-égőt, és állítsunk be lágy lángot. A gázkivezető csonkra húzzunk egy szorosan illeszkedő gumicsövet, és a végére egy kettős hajlítású gázbevezető üvegcsövet. Egy kémcsövet is töltünk meg vízzel, és szájával lefelé tartva merítsük a kádban levő vízbe. Az üvegpipa végét – ahol áramlik a vizsgálandó hidrogén – toljuk be kissé a kémcső szájába, és várjuk meg, míg a gáz kiszorítja az abban levő vizet, és már buborékol ki a kémcső száján. Óvatosan húzzuk ki a pipa végét, és hüvelykujjunkkal fogjuk be a most már a vizsgálandó gázzal telt kémcső száját. Emeljük ki a kémcsövet a vízből, és szájával változatlanul lefelé tartva tegyük közel (1–2 cm-re) a Bunsen-égő lángjához. Ott tartva a kémcsövet, fordítsuk fölfelé kb 45°-os szögben, és húzzuk félre hüvelykujjunkat. A gáz hirtelen kiáramlik a kémcsőből, és meggyullad. Ha halk pukkanás hallatszik, a hidrogén oxigénmentesnek tekinthető, ha éles füttyenéssel gyullad meg, a próba pozitív, nem szabad még hevíteni vagy meggyújtani a gázt. Addig áramoltassuk folyamatosan a hidrogént, míg megismételve a próbát, negatív eredményt nem kapunk. Nagyon vigyázzunk, hogy a próba negatív eredménye után már ne keveredhessen levegő a rendszerünkbe, ahol a gázt használni (hevíteni) szeretnénk.

4. A tömegmérés és a mérlegek

A laboratóriumi munkaszabályok ismertetésénél már volt szó a mérések pontosságáról, illetve hibájáról. A tömeg az a mennyiség, amelyiket a laboratóriumban a legpontosabban tudjuk mérni. Ezért, ha bármilyen meghatározást, tömegméréssel tudunk megoldani, az lesz a legpontosabb módszer. Ismert, hogy az anyagok, testek tömege független a helytől. A mérlegek viszont a Föld gravitációs terének a tömegre

gyakorolt hatását, a súlyt érzékelik. A súly tehát függvénye a gravitációs tér változásának, amit tömegmérés esetében mindig szem előtt kell tartani.

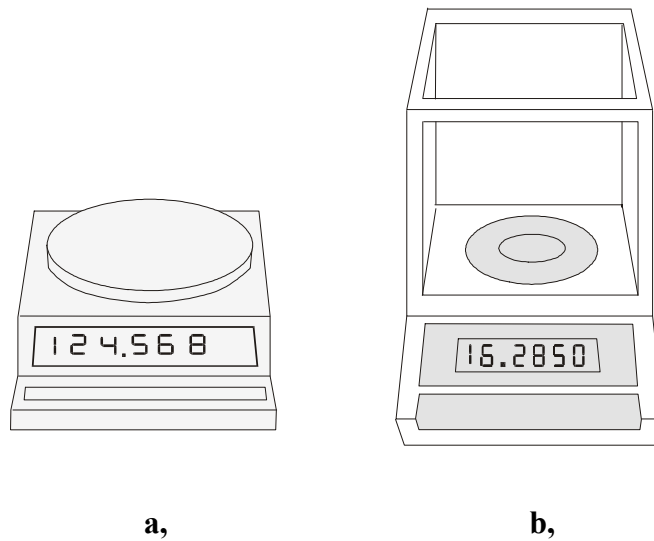
A tömeg alapegysége a kilogramm (kg), de a laboratóriumban ezredrészét, a grammot (g) használjuk inkább, illetve ennek törtrészeit.

A tömegmérés eszközei a mérlegek. A mérlegeket két fontos szempont szerint szokás csoportosítani: az egyik a működésük elve, a másik az érzékenységük és méréshatáruk.

A **működés elve szerint** két csoportba soroljuk a mérlegeket: klasszikus és elektronikus (digitális) mérlegek. A klasszikus mérlegeket is gyakran szokás elektromos hálózatba csatlakoztatni, de ez csak a leolvasást segítő skála és tükörrendszer megvilágítását szolgálja, a mérleg alapműködésében nincs szerepe. A **klasszikus mérlegek** „alapszerkezete” egy kétkarú emelő. Az alátámasztás lehet középen, ezek az **egyenlő karú mérlegek** (ez az általános). Az alátámasztás lehet a kar egyik végéhez közelebb ezek az **egyenlőtlen karú mérlegek**. A mérlegkar két végére vannak függesztve a serpenyők, vagy más néven mérleg tányérok. A baloldaliba tesszük a mérendő tárgyat, a jobboldaliba a súlyokat. A súlyok ismert tömegűek, tehát ha a mérleg mutatója egyensúlyt mutat, ez azt jelenti, hogy a súlyok által képviselt súlyerő és a mérendő tárgy által kifejtett súlyerő egyenlőek. A két azonos súlyerő, azonos erőkarokat figyelembe véve, azonos forgatónyomatékokat jelent. Egy adott mérlegnél a mérlegkarok hossza állandó, és a két kar környezetében a nehézségi gyorsulás azonos, így a mérleg egyensúlya valójában a két serpenyőben elhelyezett testek tömegének azonosságát mutatja. Természetesen minden mérleghez tartozik egy **súlysorozat**. Adott mérleghez csak a saját súlysorozatát szabad használni. Így az esetleges túlterheléstől megóvható a mérleg. Azt a legnagyobb tömeget, melyet még szabad mérni a mérleggel, a mérleg **terhelhetőségének** vagy **méréshatárának** nevezzük. Előfordulhat, hogy az idegen súlysorozat esetleg nagyobb méréshatárú mérleghez készült. A klasszikus mérlegek kar-alátámasztását egy nagy keménységű, kopásálló anyagból készült, lefelé mutató élű ékkel oldják meg. Az ék igen finoman csiszolt éle ugyanebből az ellenálló anyagból készült, tükörsimára fényezett sík lapra támaszkodik, pontosabban, azon billeg. Túlterhelés esetén az ék éle csorbulhat, ami a mérleg működésképtelenségét, vagy pontatlanságát okozhatja.

Manapság a klasszikus mérlegek használata olyan mértékben visszaszorult, hogy leírásának további részletezésére már nincs szükség. Egy elektronikus mérleg ára

ugyanolyan, vagy inkább kisebb, mint egy klasszikus mérlegé, ha ez utóbbit egyáltalán még lehet kapni.



27. ábra Tára- (a) és analitikai mérleg (b)

Az **elektronikus mérlegek** két, egymással szerves egységet képező részből állnak. Az egyik egy precíziósan felfüggesztett tekercs, amelyik egy permanensmágnestekercs belsejében elfordulhat. A tekercs szoros kapcsolatban van a mérlegtányérral (serpenyő), amelyre a mérendő tárgyat helyezzük. A tekercsen áramot vezetnek át, egy ellenállást is beiktatva. Az áram hatására a tekercs elfordulni igyekszik a mágnes pólusai között. A mérlegtányér úgy kapcsolódik a tekercshez, hogy ellenkező irányba fordítsa azt. A nagyobb súlyerő nagyobb elfordulást eredményez, azonban a nagyobb elfordulás növeli az áramerősséget a tekercsben, aminek hatására az visszafordul. Az áramerősséget nagy pontossággal méri és szabályozza egy processzor, ami elektronikus kiegészítő egységeivel az elektronikus mérleg másik alaprészét képezi. A mérleg elektronikus kijelzője nem áramerősséget „ír ki”, hanem az annak megfelelő tömeget. A mérleget természetesen be kell állítani, hogy adott tömeghez a megfelelő értéket jelezze. Ez a művelet a mérleg kalibrálása, amit a mérleg használati helyén szerviz-szakemberek végeznek el. Azért fontos a kalibrálást az alkalmazás helyén végezni, mert a hely változtatásával az aktuális gravitációs erőter is mutat kisebb-nagyobb eltéréseket, amit az érzékeny mérlegek már jeleznek, azaz nem működnek helyesen. Megfelelő beállítás után az elektronikus mérlegek nem igényelnek súlyokat!

A méréshatárról, mint a mérlegek egy fontos jellemzőjéről már volt szó. A másik fontos adat az érzékenység. Az **érzékenység** azt a legkisebb tömeget jelenti,

amely a klasszikus mérlegeknél a legkisebb osztásrésznek megfelelő elmozdulást eredményezi, vagy elektronikus mérlegeknél a legkisebb, még kijelzett tömeg egység. Ezek szerint a következő mérlegfajtákat különböztetjük meg:

<u>mérleg típusa</u>	<u>érzékenysége</u>	<u>szokásos méréshatára</u>
táramérleg	0,01 g	200–2000 g
analitikai mérleg	0,0001 g	100–200 g
félmikro analitikai mérleg	0,00001 g	100–200 g

Nagyobb méréshatárú táramérlegek és érzékenyebb, ún. mikromérlegek is léteznek, de ezek használata sokkal ritkább, mint a feltüntetett három típusé. Az érzékenyebb mérlegek szó szerint is érzékenyek, a környezeti hatások (elsősorban a légnyomás) erősebben befolyásolják a működésüket. Ezért az analitikai és félmikro analitikai mérlegek tányérját felhúzható ajtajú üvegszekrényel veszik körül, így a mérleg típusok már külső formájukról is könnyen felismerhetők.

A típusok ismertetése után áttekintjük a tömegmérés néhány fontos általános szabályát. A mérlegeket nagyobb laboratóriumok esetében külön mérlegszobában helyezik el. Így lehet ezeket a pontos, de sav- és vegyszergőzőkre érzékeny műszereket legjobban megóvni, ugyanakkor itt lehet legjobban biztosítani a mérlegelés körülményeit is. A **mérlegszoba** akkor jó, ha hőmérséklete állandó, rázkódásmentes, és légmozgás, illetve járkálás nem zavarja a munkát. A mérlegeket **mérlegasztalon** szokták elhelyezni. Ezek önsúlya viszonylag nagy, amit a márvány vagy műkö felső lap eredményez. A nehéz lapot gumilap-alátéttel helyezik rá az állítható lábmagasságú acél asztal-vázra. Az állítható lábmagasság az esetleges billegés megszüntetését szolgálja, a gumialátét és a nagy önsúly a rezgésmentességet. A mérlegszobában a mérlegasztal(oka)t úgy célszerű elhelyezni, hogy közvetlen napsütés a mérleg(ek)et soha ne érje, és a fűtőtesttől is távol legyen(ek) a mérleg(ek). A mérleget úgy kell elhelyezni az asztalon, hogy lehetőleg ne legyen könnyű elmozdítani. Ugyanis a mérleget pontosan be kell vízszintezni, és ha elmozdul, a vízszintje is elállítható. A **pontos vízszintet** vízszintjelzővel (libella) ellenőrizhetjük, szükség esetén talpcsavarokkal állíthatjuk. Használat előtt a mérleg tányérját ellenőrizni kell, hogy tiszta-e? Ellenkező esetben egy nagyobb ecsettel le kell sepergetni. Mindig tiszta és száraz mérlegtányérokkal dolgozzunk. A mérendő tárgy hőmérséklete legyen azonos a mérőszoba hőmérsékletével! Nem azonos hőmérséklet esetén olyan áramlások jelennek

meg a környező levegőben, amelyek zavarják a mérést. Ezeket a szabályokat be kell tartani, bármilyen típusú mérleggel is dolgozunk.

A mérlegelés további szabályait csak az elektronikus mérlegekre vonatkozóan tekintjük át. A mérés a mérleg bekapcsolásával kezdődik. Bekapcsoláskor a kijelzőn általában megjelenik néhány másodpercre minden létező karakter. Ezt követően a mérleg automatikusan elvégzi a terheletlen egyensúlyi helyzet („nullpont”) beállítását. Nagyon fontos, hogy a mérleg tányérját gondosan takarítsuk le bekapcsolás előtt, mert ellenkező esetben a tányéron levő „terhelést” a nullpont beállításnál a tányér saját tömegében veszi figyelembe a mérleg automatikája. Az egyensúlyi helyzet beállításának végét az jelenti, amikor megjelenik táramérlegnél a 0.00 g, analitikai mérlegnél a 0.0000 g kijelzés, ekkor a mérleg mérésre kész. Ha a kijelzett jobboldali karakter ingadozó értéket mutat, a mérés körülményei nem tökéletesek, általában túl nagy a légmozgás. Az analitikai mérlegnél a mérlegajtónak a mérés előtt, bekapcsoláskor is lehúzott állapotban kell lennie. Vannak automatikusan „önkalibráló” mérlegek is, amelyeknél a nullpont beállítása után bizonyos terhelés melletti beállításokat is végrehajt a mérleg. Ilyenkor általában sötét marad a kijelző, vagy azt jelzi, hogy aktuálisan milyen művelet zajlik. Gyakran hallható a művelet során halk, működési zaj is. Ha a leírt művelet végén nem áll be a mérleg pontosan nullára, valamilyen beállítási hiba van, amelyen általában csak szerviz-szakember tud segíteni. A magunk által is elvégezhető állítási lehetőségekről a mérleg kezelési útmutatójában olvashatunk.

A mérés nagyon egyszerű a mérlegen: a mérendő tárgyat óvatosan feltesszük a tányérra, és megvárjuk, míg állandósul a kijelzett érték. Ez akkor következik be, amikor megjelenik a szám után a mértékegység jele is (g). A laborokban általában szilárd vegyszerek vagy folyadékok, illetve oldatok tömegét mérjük. Fontos, hogy még szilárd vegyszereket sem mérünk közvetlenül a mérlegtányéron, hanem egy megfelelő méretű edényben helyezük el. A legalkalmasabb a beméréshez az anyag mennyiségének megfelelő méretű főzőpohár vagy kristályosító csésze, mert ezekbe könnyen be tudjuk vinni az anyagot. Mivel kiöntőjük is van, mérés után a belőlük történő folyadékkitöltés, vagy anyagioldás is könnyen kivitelezhető. A csiszolatos bemérőedényt (ennek nincs kiöntője) akkor használjuk, ha nedvszívó (higroszkópos) vagy könnyen párolgó anyagot mérünk. A méréseknél a beméréshez használt edény saját tömege nem lényeges, annyit azonban jó tudni, hogy minél kisebb az önsúly, annál pontosabb a bemérésünk. Igen kis tömegűek az ún. **bemérő kártyák**, amelyek vékony, hajlítható, nedvtszívó anyagból

készülnek. Kissé összenyomva úgy alakíthatók, hogy a bemért anyag lecsúsztatható és le is öblíthető a felületükről. Miután a használt edény saját súlyára végeredményben nincs szükségünk, ennek értékét figyelmen kívül hagyhatjuk. Erre nagyon jó lehetőséget biztosítanak az elektronikus mérlegek, ugyanis lehetőség van ún. „**tárázásra**”. Az edény tömegének pontos kijelzése után megnyomjuk a tárázó gombot a mérlegen, és ekkor a kijelzőn ismét nulla jelenik meg a mérlegtípusnak megfelelő pontossággal. Ha utólag mégis szükségünk van az így kitarázott tömeg értékére, vegyük le a tányérról a mért edényt, és a kijelzőn a tárázott tömeg jelenik meg negatív előjellel.

A kitarázott edénybe kezdjük meg az anyag adagolását kis részletekben. Ha sok anyagot vagy folyadékot kell bemérni, azt ne a mérlegtányéron hajtsuk végre! Ilyenkor vegyük le az edényt, és úgy végezzük el az anyagbevitt. Analitikai mérlegnél fontos, hogy a mérleg leolvasása mindig teljesen zárt mérlegszekrényben történjen. A tárázást többször is végre lehet hajtani, amire akkor lehet szükség, ha pl. többféle anyagot is egy edénybe kell bemérni. Minden anyagbevitt után „kinullázható” a mérleg, és így az újabb anyag bevitt mennyisége közvetlenül leolvasható. Ha ilyenkor vesszük le az edényt a mérleg tányérjáról, a negatív előjelű tömeg a legutóbbi tárázott értéket mutatja. A többszöri tárázási lehetőségnek van egy veszélye is. Esetleg nem vesszük észre, hogy már olyan sok anyagot vittünk be, aminek a teljes tömege meghaladja a mérleg méréshatárát. Az elektronikus mérlegeknél nincs ugyan ék, de a túlterhelésre ezek is nagyon érzékenyek. Ezt a problémát a gyártók már úgy igyekeznek kiküszöbölni, hogy általában beépítenek az elektronikus mérlegekbe egy olyan kijelzőt, amelyik a mindenkori aktuális összerhelést mutatja. Erre a kijelzőre mindig nagyon kell figyelni, mert csak így kerülhetjük el a túlterhelés okozta károsodást.

A mérés befejezése után mindig tisztán kell hagynunk a mérleget! Az elektronikus mérleget egy mérés után csak akkor kapcsoljuk ki, ha hosszabb ideig nem használjuk újra. Egy laboratóriumi gyakorlat idejére pl. hagyjuk állandóan bekapcsolva.

Végezetül egy fontos megjegyzés! A klasszikus mérlegeknél mindig jelen vannak a méréshez használt összehasonlító súlyok. Ha a mérleget olyan helyre visszük, ahol eltérő a gravitációs gyorsulás, ez nem okoz problémát, hiszen a súlyoknál és a mérendő tárgynál egyformán jelentkeznek. Az elektronikus mérlegeknél ugyanakkor a kalibrált érték elektronikusan tárolódik, az összehasonlító súly fizikailag nincs jelen. A gravitációs gyorsulás változását csak úgy tudjuk figyelembe venni, ha minden újabb helyen újra kalibráljuk a mérleget: ezt szerviz-szakemberek végzik. Kivételt képeznek az „önkalibráló” mérlegek, melyeknél nincs szükség újabb kalibrálásra, mert

bekapcsoláskor a mérleg mindig elvégzi a kalibrációt fizikailag is jelen levő súly(ok) segítségével. Nagyon fontos, hogy az elektronikus mérleg használatbavétele előtt mindig ismerjük meg a mérleg főbb műszaki paramétereit, kezelési szabályait és mérési lehetőségeit.

5. A térfogatmérés és a térfogatmérő eszközök

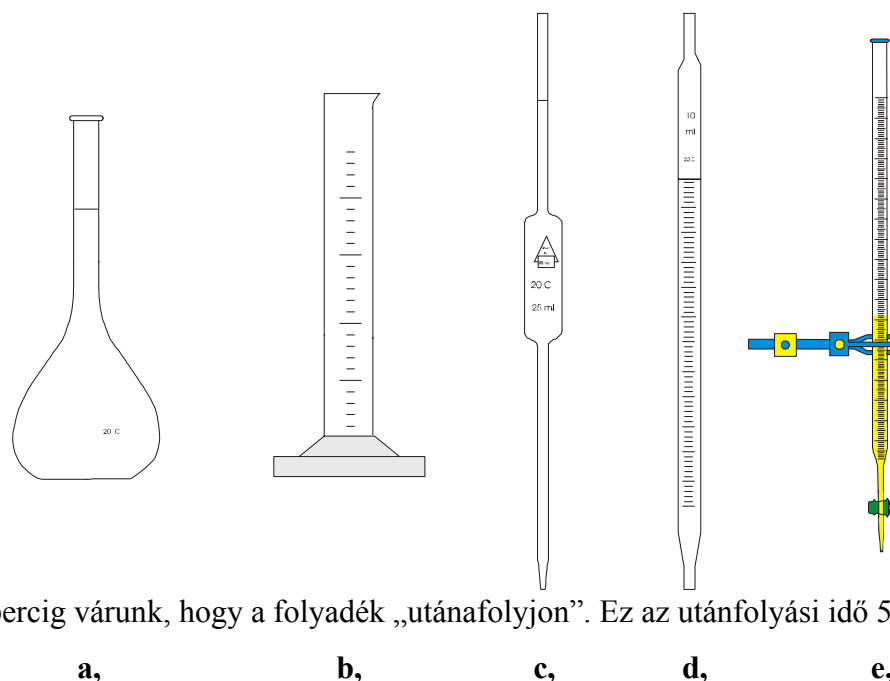
A tömegmérés mellett a térfogatmérés az egyik leggyakoribb mérésforma a laboratóriumban. A térfogat alapegysége a m^3 , de a laboratóriumi gyakorlatban a cm^3 -t és a dm^3 -t használjuk leggyakrabban. Nem SI mértékegysége a liter (jele l vagy L), de nagyon elterjedt és újabban szabályos is a használata. Kisebb egysége a milliliter (ml, mL). 1 l pontosan $1 dm^3$, és $1 ml = 1 cm^3$. A kis l betű helyett azért használnak gyakran nagy L-et a jelölésére, mert bizonyos karaktertípusoknál könnyen összetéveszhető az 1-es számmal

Mindenek előtt érdemes megjegyezni, hogy még a legpontosabb térfogatmérő eszközök is pontatlanabbak, mint a pontos mérlegek. A tömegmérés – ha nem ingadozásról van szó – független a szobahőmérséklet aktuális értékétől. Térfogatmérésnél ez nem így van, mert a térfogatmérő eszközök üvegből készülnek, és az üveg hőtágulása, ha kis mértékben is, de befolyásolja mérésünket. A másik probléma a mért folyadék sűrűsége, ami szintén változik a hőmérséklettel, és ez áttételesen befolyásolja a térfogatot. Nem kellően figyelmes munka esetén tehát előfordulhat, hogy különböző hőmérsékleten végzett mérések eredményei viszonylag nagy szórást mutatnak. A térfogatmérésnél komoly jelentősége lehet a szobatemperálásnak. A manapság épülő, modern laboratóriumok általában légkondicionáltak, itt az említett problémák kizárhatók.

Sok, kémiai reakciókhoz használt edényen található térfogato(ka)t jelző osztás (főzőpoharak, Erlenmeyer-lombikok stb.). Fontos megjegyezni, hogy ezek az eszközök nem térfogatmérő eszközök. Az osztások csak segítik a térfogat becslésünket, de nem mérésre szolgálnak!

A térfogatmérő eszközök két alaptípusát szokás tárgyalni. Az egyik csoportba egyetlen eszköz tartozik, ez a **mérőlombik**, ún. „betöltésre kalibrált” eszköz. Az összes többi eszköz „kitöltésre kalibrált”. Ez utóbbiak a **mérőhenger**, a **pipetták** és a **büretta**. A mérőlombik betöltésre kalibrálása azt jelenti, hogy a lombik térfogat jelét a betöltött folyadék felső szintjéhez (meniszkusz) igazítják. Ha a pontosan jelig töltött

mérőlombikból kiöntjük a folyadékot, annak térfogata biztosan kisebb lesz, mint a megadott érték, mert több-kevesebb folyadék mindig feltapad az edény falára. A kitöltésre kalibrálás értelemszerűen arra vonatkozik, hogy pl. ha egy pipettából, amelyet pontosan feltöltöttünk $10,00\text{ cm}^3$ -re, szabályosan kiengedjük a benne levő folyadékot, annak térfogata a hibahatáron belül tényleg $10,00\text{ cm}^3$ lesz. Ha le tudnánk mérni a feltöltött pipetában levő víz térfogatát, az valójában kicsit több lenne $10,00\text{ cm}^3$ -nél. A többlet a pipetta falára tapadó folyadék. A leírtakból kitűnik, hogy a térfogatmérésnél fontos szerepet játszik a mérőedény belső fala és a benne levő folyadék kölcsönhatása. Ez a kölcsönhatás nem zárható ki, de jól reprodukálhatóvá tehető. Az egyik tényező a térfogatmérő eszközök tisztasága. Akkor tiszta igazán egy ilyen edény, ha kiengedve belőle a folyadékot, kívülről nem látszik, hogy az belülről száraz vagy nedves. Legfeljebb az edény alján vehetjük észre a visszafolyt folyadékot. A másik tényező, a kitöltésre kalibrált eszközöknél a folyadék kiengedésének sebessége, és az ún. „**utánfolyási idő**”. Ez azt jelenti, hogy lassan engedjük ki az edényből a folyadékot (pl. egy 10 cm^3 -es pipetából 10–15 másodperc alatt), illetve a teljes kiengedés előtt néhány



másodpercig várunk, hogy a folyadék „utánafolyjon”. Ez az utánfolyási idő 5–6 s.

a,

b,

c,

d,

e,

28. ábra Térfogatmérő eszközök: mérőlombik (a), mérőhenger (b), hasas pipetta, egyjelű (c), osztott pipetta (d), buretta, fogóval (e) (Nem méretarányos ábra!)

A kívánalmaknak megfelelő tisztaságú edényt úgy kaphatunk, ha térfogatmérő eszköz tisztítására alkalmas mosogatószerben áztatjuk az eszközöket, majd bő vízzel és végül desztillált vízzel átmoszuk azokat. Nagyon jól tisztít az ún. „krómkénsav”,

amelyet úgy készíthetünk, hogy tömény kénsavban jól elporított nátrium- vagy kálium-dikromátot ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ vagy $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) oldunk melegítés közben (100 cm^3 kénsavhoz 2–3 g dikromátot számítunk). A tisztítandó edényeket ezzel megtöltve, és legalább 1–2 óráig, de inkább fél napig benne hagyva, kitűnő tisztítás érhető el! A térfogatmérő eszközök komoly ellensége a szilikonzsír, amit gyakran használunk csiszolatok kenésére. Térfogatmérő eszközöknél ez tilos! A buretta csapját is kell zsírozni, de nem szabad szilikontartalmú zsírral. A szilikontartalmú kenőanyagokat a krómkénsav sem oldja. A zsír felúszik a sav felszínére, és még olyan eszközöket is elszennyez, amelyek tisztíthatók voltak. A szilikonzsírt nehezen, kloroformos mosogatóssal tudjuk csak eltávolítani.

A térfogatmérő eszközöknél lényeges tényező a folyadékszint beállítása, illetve a helyes leolvasás. A homorú folyadékfelszín – ami a higany kivételével mindig megvalósul – úgy állítjuk rá a körkörös jelre, illetve úgy olvassuk le a szint állását, hogy a szint alsó minimumát vesszük figyelembe, és ezt mintegy „hozzáérintjük” a jelhez. Szemünk és a jel viszonya sem mindegy, pontosan szemmagasságban kell, hogy álljon a jel, ami ilyenkor egy egyenesnek látszik. Ellenkező esetben látjuk a jel gyűrű alakját, ami hibás. A rossz folyadékszint-leolvasás következtében elkövetett hibát nevezik „**parallaxis hibának**”.

A térfogatmérő eszközökre vonatkozóan van még egy igen fontos, általános szabály. Ezeket semmilyen körülmények között nem szabad melegíteni, még szárítás céljából sem. A felmelegített üveg kitágul, majd visszahűlés után az üveg összetételétől függően csak hosszabb-rövidebb idő után nyeri vissza eredeti térfogatát. Így az ilyen edénnyel végzett munka bizonytalanná válik. Térfogatmérő eszközt úgy tudunk gyorsan szárítani melegítés nélkül, hogy az eszközt mosogatóssal és desztillált vizes öblítés után acetonnal is átöblítjük néhányszor, majd az aceton levegő-átszívással (vízlégsugár-szivattyú) gyorsan elpárologtatjuk. A tisztítás elve az, hogy az aceton korlátlanul elegyedik a vízzel, így a víz mintegy „kimosható” az edényből. Ugyanakkor az aceton jóval könnyebben elpárologtatható, mint a víz, tehát az acetonos edény már gyorsan szárítható.

Korábban említettük, hogy a mérőlombik betöltésre kalibrált. A kalibrálás hőmérsékletét (ami általában $20,0\text{ }^\circ\text{C}$) megadják a lombikon, azaz a ráírt térfogat akkor pontos, ha ezen a hőmérsékleten dolgozunk. A mérőlombikokra, de általában a térfogatmérő eszközökre is igaz, hogy „helyességüket” tekintve, különböző kategóriában készülnek.

A mérőeszköz helyességén azt értjük, hogy mennyire egyezik a vele mért adat a várt adathoz képest. A mérések hibájával kapcsolatban már említettük, hogy párhuzamos mérésekkel megállapítható egy mért adat legvalószínűbb értéke. Pl. több méréssel meghatározható egy 100 cm^3 -es mérőlombik térfogata a méréseink pontossága által meghatározott hibahatáron belül. Lehet ez az edény pl. $100,05 \text{ cm}^3$, egy másik ilyen lombiknál akár $99,7 \text{ cm}^3$. Mindkét lombikra azt írják, hogy 100 cm^3 -es. A mérőeszközökkel mérhető valódi érték meghatározása a **kalibrálás**. Ez tulajdonképpen a mérőeszköz helyességének a megállapítása. A tényleges érték és a névleges („ráírt” érték különbsége a **korrekció** (Δ):

$$\Delta = (\text{tényleges mért érték}) - (\text{névleges, „ráírt” érték})$$

Példánkban, az első mérőlombiknál a korrekció $+ 0,05 \text{ cm}^3$, a második esetben $- 0,3 \text{ cm}^3$. Az első lombik helyesebben adja a várható értéket, kisebb az alkalmazandó korrekció. A mérőlombiknál (és minden más térfogatmérő eszköznél is) tehát mondhatjuk, hogy úgy kapjuk meg a tényleges térfogatát, ha a lombikra írt (névleges) térfogathoz hozzáadjuk a kalibrálással meghatározott korrekciót a megfelelő előjellel.

Visszatérve a térfogatmérő eszközök helyessége szerinti csoportosításhoz, elmondható, hogy a korábbi magyar termékeknél voltak „A-jelű” (I. osztályú) és „B-jelű” (II. osztályú) termékek. Értelemszerűen, az A-jelűeknél a korrekció kisebb, a B-jelűeknél nagyobb. A tényleges korrekciót ezeken az eszközökön nem tüntették fel. Akár helyesebb, akár kevésbé helyes eszközt használunk, a vele való mérés ugyanolyan pontos lehet, ha az eszközt kalibráljuk. Az eszközöket az ún. „**állandó hibája**” a korrekcióval figyelembe vehető a méréseink véletlen hibájával ellentétben. A napjainkban kereskedelmi forgalomban levő klasszikus térfogatmérő eszközökön ha nincs külön jelölés, az eszközök helyességéről a megfelelő termékkatalógusból tájékozódhatunk. A nagy pontosságú eszközök esetében (ezeket úgy is szokták hirdetni, hogy „hiteles” eszközök) egyenként kalibrálják az eszközöket, és megvizsgálják, hogy a korrekció belül esik-e egy meghatározott ún. „**tűrészatáron**”. Ezt a „tűrészatárt”, amit „**toleranciának**” is neveznek, általában meg is adják a térfogatmérő eszközön. Pl. egy mérőlombikon ez áll: $100 \pm 0,1 \text{ cm}^3$. Ez azt jelenti, hogy az adott lombik korrekciója biztos, hogy belül van a megadott helyességi (korrekciós) határon, maximálisan $\pm 0,1 \text{ cm}^3$, vagy ennél kisebb lehet. Ez a pontosság általában megfelel az általános analitikai pontosságnak, így ezek az eszközök kalibrálás nélkül használhatók. Ezek árai a munkaigényes egyedi ellenőrzés miatt jóval magasabbak, mint a kalibrálatlan

eszközöké. Fontos, hogy méréseink pontosságát nem szabad összetéveszteni az egyes mérőeszközök pontosságával. Ez utóbbit ezért szokás inkább helyességnek nevezni.

5.1. A betöltésre kalibrált mérőlombik és kalibrálása

A mérőlombikok rendkívül széles mérettartományban készülnek: létezik 1,00 cm³-es, de 5000 cm³-es is. Egy nagyon gyakori méret (viszonylag kisebbnek számít a mindennapi gyakorlatban) a 100 cm³-es.

A kalibrálás mikéntjét egy 100 cm³-es mérőlombik példáján mutatjuk be. A kalibráláshoz nagyobb pontosságú mérést kell választanunk, mint a térfogatmérés. Egyértelmű, hogy ez a tömegmérés. Általánosan igaz, hogy a térfogatmérő eszközök kalibrálását tömegmérésre vezetjük vissza. Esetünkben meghatározzuk a mérőlombikba töltött desztillált víz tömegét ($m(\text{víz})$). majd felhasználva a víz aktuális hőmérsékleten mért sűrűség-adatát ($\rho(t \text{ } ^\circ\text{C})$) kiszámítjuk a kérdéses víztérfogatot ($V(\text{víz})$):

$$V(\text{víz}) = m(\text{víz}) / \rho(t \text{ } ^\circ\text{C})$$

$\rho(t \text{ } ^\circ\text{C})$ számértékét a mellékelt táblázatból vesszük, ha szükséges, interpolálunk.

Pontos kalibráláshoz legalább 5 párhuzamos mérést végzünk, és a végeredményt átlagoljuk. Az átlagérték ismeretében a már megadott módon számoljuk a korrekciót!

A mérés menete a következő:

- Egy alaposan tisztított, száraz mérőlombikot lemérünk táramérlegen: $m(\text{lombik})$
- Ismert hőmérsékletű desztillált vízzel szabályosan jelig töltjük a lombikot, majd ismét lemérjük a tömegét: $m(\text{lombik} + \text{víz})$
- Kiszámítjuk a lombikban levő víz tömegét:

$$m(\text{víz}) = m(\text{lombik} + \text{víz}) - m(\text{lombik})$$

A további számítások a mérés elvének leírásánál már szerepeltek. Megjegyzendő, hogy analitikai pontosságról van szó, de a nagy abszolút tömeg következtében a táramérleg is 5 értékes jegyet jelent a tömegmérésnél, ami már meg is haladja az ilyen esetben kívánatos 4 értékes jegyet. Ezért használhatunk itt táramérleget.

A mérőlombikok az **oldatkészítés** alapeszközei. A gyakorlatban szinte mindig úgy jelentkezik az ilyen feladatok, hogy készítsünk adott térfogatú oldatot. Ez az „adott térfogat” tulajdonképpen a mérőlombik térfogata. Az oldat készülhet szilárd anyagból oldószerrel, vagy folyadékból (tömény oldatból) hígítással. Mindkét esetben

az a művelet vége, hogy a mérőlombikot jelig töltjük oldószerrel, és az oldatot elegyítjük.

Két fontos szabályt kell szem előtt tartani a mérőlombik használatánál. Az egyik, hogy nem szabad, hogy melegedjen. A másik szabály az, hogy szilárd anyagot nem viszünk be a lombik szűk nyakán keresztül. A szilárd anyag oldását mindig a lombikon kívül végezzük, célszerűen egy megfelelő méretű főzőpohárban.

A szilárd anyagból történő oldatkészítésnél tehát a szükséges anyagmennyiséget megfelelő pontossággal bemérjük (analitikai munkához analitikai mérlegen, preparatív munkához vagy átkristályosításhoz táramérlegen). Célszerű már a beméréshez azt a főzőpoharat használni, amelyikben majd az oldást is végezzük. Elvégezzük az oldást a főzőpohárban, ha szükséges, akár melegítéssel is. Ha meleg az oldat, lehűlés után öntsük be a mérőlombikba, és vízzel mossuk, öblítsük be. Fecskendőpalackkal öblítsük körbe a mérőlombik nyakát, majd óvatosan állítsuk jelre a folyadékszintet. Dugaszoljuk be a lombik nyakát, vagy ha nincsen jól záró dugója, egy megfelelő méretű ún. parafilmmel és hüvelykujjunkkal is leszoríthatjuk. A lombik le-fel forgatásával és enyhe rázogatóssal elegyítsük a lombik tartalmát. A kész oldatot, ha nem használjuk fel azonnal, tiszta és száraz folyadéküvegbe öntjük. Mérőlombikban nem tárolunk oldatot hosszabb ideig.

A hígítással történő oldatkészítésnél csak akkor használunk főzőpoharat is, ha a hígítás során erősebb hőfejlődés várható. Ilyen gyakori eset a kénsavból történő oldatkészítés. Ehhez egy főzőpohárba vizet öntünk, majd állandó keverés mellett a számított mennyiségű koncentrált kénsavat egy pipettából belecsepegtetjük, lassan beleengedjük a vízbe. Mindig a tömény savat a vízbe, és nem fordítva! A hígítás során az oldat erősen felmelegedhet, ha fordított sorrendben történik az összemérés, mert a kevés víz a sok tömény kénsav hatására egészen forrásig melegedne, és a képződő gőz szétesapná a kénsavat! Így csak felmelegszik az oldat, amit hagyunk kihűlni. A mérőlombikba kevés vizet öntünk, majd hozzátöltjük és hozzámoszuk a főzőpohárban levő savat. Ismét feltöltéssel és elegyítéssel fejezzük be a műveletet. A többi szokványos tömény savnál, lúgnál csak kisebb mértékű melegedés várható, itt akár közvetlenül a mérőlombikban készíthetjük az oldatot, természetesen úgy, hogy a lombikba előzőleg bevitt vízhez adjuk a számított mennyiségű savat vagy lúgot. Gyakran előfordul, hogy viszonylag tömény oldatból igen hígat kell készíteni. Ilyenkor nagy hibával bemérhető igen kis térfogatokat kellene bemérni, és nagy térfogatra hígítani (pl. $0,10 \text{ cm}^3$ savat kellene 100 cm^3 -re hígítani). Ekkor kétszeres, vagy

többszörös hígítást alkalmazunk. $1,00\text{ cm}^3$ savat mérünk be $0,10\text{ cm}^3$ helyett, majd a kapott oldatból $10,00\text{ cm}^3$ -t kivéve, egy újabb hígítást végzünk 100 cm^3 -re. Így minden térfogatmérés elfogadható pontosságúvá válik.

5.2.1.A kitöltésre kalibrált eszközök, a mérőhenger

A kitöltésre kalibrált eszközök között van egy kevésbé pontos, nem analitikai igényű térfogatmérő eszköz: ez a **mérőhenger**. Szintén nagyon különböző méretben, nehéz, öntött üvegből készülnek. Természetesen az eszköz pontossága függ a mérendő térfogattól, de néhány tized cm^3 -re tehető a gyakran használt térfogat-tartományban.

5.2.2. A pipetták

Kitöltésre kalibrált térfogatmérő eszközök a pipetták. Két fő típusuk ismeretes: a hasas vagy teli-pipetták, és az osztott pipetták. A hasas pipetták ismét két csoportba sorolhatók: lehetnek egyjelűek és kétjelűek.

A **hasas pipetták** egy adott térfogat pontos bemérésére szolgálnak. Csak olyan térfogatot lehet velük bemérni, amilyen adat rájuk van írva. A leggyakoribb térfogatok: 1, 2, 5, 10, 20, 25 és 50 cm^3 , de létezik 100 cm^3 -es pipetta is. A pipetta jellegzetes alakját az adja, hogy a benne lévő folyadék zöme a pipetta kiszélesedő, öblös részében van, a felül és alul elszűkülő rész a pontosságot növeli. A kisebb keresztmetszetű folyadékszint-eltérés ugyanis sokkal kisebb hibát jelent. A **kétjelű pipettánál** a felső és az alsó részén is van egy-egy körkörös osztás, a pipetta térfogata a két jel közötti részre értendő. Az **egyjelű pipettánál** csak a felső száron van jel, alul nincs. Az ilyen pipettákat úgy kell használni, hogy a folyadék kiengedése során a pipetta hegyét végig az edény falához kell érinteni, és a teljes folyadékmennyiség kiengedése után a pipetta hegyében visszamaradó folyadékot nem szabad kifűjni. Ez a folyadék maradvány figyelembe van véve a kalibrálásnál. Az ilyen pipetta előnye, hogy olyan edénybe is tudunk pontosan pipettázni, amelyiknél nem látszik a pipetta vége. Hátránya viszont, hogy a visszamaradó folyadék mennyisége függ a folyadék felületi feszültségétől, viszkozitásától, így anyagi minőségétől. Az ilyen pipettákat csak víz, illetve híg vizes oldat mérésére tanácsos használni, mert erre vonatkozóan kalibrálják azokat. Ha pontosan akarunk dolgozni valamilyen más oldószerrel is, akkor tanácsos kalibrációt végezni az adott oldószerrel. További probléma az egyjelű pipettánál, hogy ha a hegye sérül, nem javítható, sőt nem is használható, mert a visszamaradó folyadék mennyisége megváltozik. Az ilyen pipettát ezért sérülés esetén tanácsos hulladékba dobni. Nagy pontosságú, analitikai igényű munkához mindig kétjelű pipettát használjunk.

Az **osztott pipetták** is adott kerek végtérfogattal készülnek (1, 2, 5, 10 cm³-es pipetták), de az adott térfogaton belül az osztások által meghatározott kisebb térfogatok bemérésére is van lehetőség. Ilyen típusú 10 cm³-es pipettánál, pl. pontosan be lehet mérni 6,70 cm³-t is. Ezeknek a pipettáknak az átmérője nagyobb, mint a hasas pipettáké, ezért kissé pontatlanabbak. Az ilyen pipetták használatánál a pontosságot a legkisebb osztásköz határozza meg. Az előbbi példára visszatérve, a 10 cm³-es osztott pipetták legkisebb osztásköze általában 0,1 cm³. Ez azt jelenti, hogy a század cm³ egységeket már csak becsülni tudjuk, tehát ezek értéke tekinthető bizonytalanoknak. A helyes tárfogat megadása tehát század cm³ pontossággal történhet (pl. 6,00 cm³, 7,11 cm³ stb.).

Osztott pipettával adott részletekben is lehet folyadékot adagolni, ez azonban kényelmetlen, mert ujjunkkal befogva kell tartani a pipettát hosszabb ideig, ugyanakkor a szemünkhöz is kell emelni a helyes leolvasás érdekében. Ha az osztott pipettát alul jól záró, finoman szabályozható csappal látják el, előáll egy másik fontos térfogatomérő eszköz, a büretta.

A pipetta szabályos használatáról szólunk először. A szabályos pipettázás egy fontos „segédeszköze” néhány darab, 2–3 × 5–6 cm-es szűrőpapírcsík, amit a pipetta külső részének törlésére használunk. A pipettázás lépéseit egy kétjelű hasas pipettára vonatkozóan írjuk le, de ez minden típusú pipettára igaz. Pipettázás előtt a pipettának vagy tökéletesen száraznak, vagy a használt oldószertől nedvesnek kell lennie. A nedves pipettát használat előtt öblítsük át a mérendő oldattal legalább háromszor. Ezt úgy végezzük el, hogy a pipetta kb. 1/3 részéig felszívunk az oldatból, majd mutatóujjunkkal gyorsan lezárva a pipetta felső végét, kivesszük a pipettát az edényből. Ügyeljünk a pipetta végének gyors befogására, hogy a tiszta oldószerezrel keveredett oldat ne folyhasson vissza az eredeti oldatba. A kivett oldatot kicsit rázogassuk a pipettában, majd engedjük ki a lefolyóba. Ezt az átöblítést ismételjük még legalább kétszer.

- A mérésre kész pipetta végét mártsuk a mérendő folyadékba, és óvatosan szívjunk fel a folyadékból annyit, hogy 1–2 cm-rel a felső jel fölött legyen a folyadékszint. A pipettát mutatóujjunk végével zárjuk.
- Töröljük le a pipetta végét a már leírt szűrőpapír csíkkal.
- Tegyük vissza a pipetta végét a bemérendő folyadékos edénybe, de most már ne nyomjuk a folyadékfelszín alá, csak érintsük az edény falához a végét. A pipettát tartsuk mindig függőlegesen, és az edényt döntsük meg hozzá.
- Óvatosan engedjük le a meniszkuszt a felső jelig, és pontosan állítsuk be.

- Vegyük ki a pipettát az edényből és tegyük át abba az edénybe, amelyikbe be akarunk mérni. Érintsük az edény oldalához a pipetta hegyét, és lazítsuk meg a mutatóujjunkt, hogy a folyadék kezdjen kifolyni. A pipettát mindig tartjuk függőleges helyzetben. Olyan sebességgel engedjük ki a folyadékot, hogy a pipetta kiürülési ideje kb. 15– 20 másodperc legyen.
- Amikor a folyadékszint eléri a pipetta alsó, elszűkülő részét, lassítsuk a kifolyás sebességét, és az alsó jel fölött 1– 2 cm-re állítsuk is meg.
- 5–6 másodperc ún. utánfolyási idő után engedjük le a folyadékszintet az alsó jelig. A folyadék leengedése során a pipetta hegye mindvégig csak az edény falát érintse, és ne érjen bele az oldatba. A pipettára kívül feltapadó folyadék is hibát okoz!
- A pipettába történő folyadék felszíváshoz különböző, a pipetta végére szerelhető szívó feltétek vannak forgalomban. (A gumiból készült, labda alakú ilyen eszközt **pumpett**nek hívjuk.) Egy kis gyakorlás után ezek használata könnyen elsajátítható. Megjegyzendő, hogy illékony, mérgező anyagokat csakis ilyen eszközzel pipettázhatunk, szájjal tilos! Híg vizes oldatok szájjal történő szabályos pipettázása viszont semmilyen veszéllyel nem jár. Arra természetesen mindig ügyeljünk, hogy a pipetta szájunkba kerülő része tiszta maradjon.

Manapság sokféle **automata pipetta** van már forgalomban. Azt lehet mondani, hogy ezek váltak egyeduralmukodóvá. El kell azonban oszlatni egy tévhitet. Igaz, hogy megfelelő automata pipettával igen pontosan és gyorsan lehet dolgozni, de az esetleges hibát sokkal nehezebb, vagy egyáltalán nem lehetséges észrevenni. Nem lehet észrevenni, ha a sokat használt pipetta fellevegősödik, ereszt, megváltozik a dugattyú lökethossza (azaz a kiadott térfogat). Úgy tűnik, minden rendben, ugyanakkor előfordulhat, hogy már egy jó ideje igen pontatlanul dolgozunk. Ezek a problémák a klasszikus pipettánál szembetűnőek, vagy nem is jelentkezhettek. Ez az oka annak, hogy míg az elektronikus mérlegek mellett a klasszikus mérlegeknek már gyakorlatilag nincs jelentőségük, addig klasszikus pipettát még gyártanak és használnak. Ha gyorsan és biztosan pontos bemérésre van szükségünk, klasszikus pipetta használata ajánlott. Az automata pipettákkal is igen pontos munkát végezhetünk, ha azokat gyakran kalibráljuk. Kalibrálás során kiderülnek a fentebb leírt problémák. Igényes laboratóriumokban naponta, de legalább hetente kalibrálják a használt automata pipettákat. A kalibrálás módja pipettáknál is ugyanolyan, mint azt a mérőlombiknál megismertük. Ismert hőmérsékletű desztillált vizet szabályosan pipettázunk az adott pipettával. A víz

tömegét analitikai mérlegen mérjük, és a pontos vízsűrűség adattal kiszámítjuk az aktuális térfogatot. Automata pipettánál, ha eltérést tapasztalunk, van lehetőség a pipetta állítására. Ennek módja függ a pipetta típusától, így annak leírását a pipettához adott műszaki ismertetőben találjuk.

Az automata pipettáknak is két típusa van: az egyik az **állandó térfogatú**, a másik az **állítható térfogatú**. Az előbi a klasszikus hasas, az utóbbi a klasszikus osztott pipettának felel meg. Léteznek ún. **többcsatornás** (többágú) **automata pipetták** is. Ezekkel egyszerre 4, 8 vagy akár 12 edénybe lehet adagolni ugyanazt a térfogatot.

Az automata pipetták két fő részből állnak: a pipettatestből és a műanyag, cserélhető pipettahegyből. A pipettahegyet minden bemérés előtt cserélni kellene, de nyilvánvaló, hogy azonos folyadék sorozatos bemérésénél felesleges a csere. A pipettahegy tehát szigorú értelemben véve eldobható kivitelű. A tapasztalat azt mutatja, hogy ha a használt pipettahegyet frissen előblítjük és nagyon gondosan vigyázunk a végére, hogy ne csorbuljon, többször is használhatjuk. A gondos kezelést viszont fontos kiemelni. A pipettatest legfontosabb része a precíziós munkahenger, amelyben egy dugattyú mozog. A dugattyút hüvelykujjunkkal, egy gomb közvetítésével mozgatjuk. A dugattyú ún. kétállású. Enyhe lenyomással az első ütközőpontig nyomódik be (ez felel meg a tényleges térfogatnak), majd kicsit erősebb, további lenyomással a második ütközőpontig. Ez a második elmozdulás a pipettahegyben lévő folyadék tökéletes kifűvását szolgálja, nem számít bele az aktuális térfogatba. Az automata pipetta hegye olyan műanyagból készül, amelyik gyakorlatilag nem nedvesedik, így folyadék nem tapad fel a falára. Ha adagolás után cseppecskét látunk a hegy belső falán, az hiba, a hegyet ki kell cserélni! Az automata pipettával történő mérés menete a következő:

- Ha állítható pipettával dolgozunk, állítsuk be a megfelelő gomb elcsavarásával a kívánt térfogatot. Ügyeljünk arra, hogy az állító csavar „bekattanjon” a megfelelő pozícióba!
- Húzzuk fel a megfelelő pipettahegyet a pipetta végére, és hüvelykujjunkkal óvatosan nyomjuk le a dugattyút az első ütközési pontig.
- Ne eresszük fel ujjunkat, és mártsuk a pipetta hegyét a mérendő folyadékba.
- Engedjük fel a dugattyút, és az felszívja az aktuális térfogatot.
- Vigyük át a pipetta hegyét a másik edénybe, amelybe be akarjuk vinni az anyagot, és nyomjuk le ismét a gombot az első ütközési pontig. A dugattyú kinyomja a kívánt térfogatú folyadékot. Ne eresszük fel a gombot, 1–2 másodperces megállás után

nyomjuk le a dugattyút a második ütközési pontig. Ekkor a még visszamaradt folyadék is tökéletesen kiürül a pipettából.

- Engedjük fel a dugattyút teljes egészében a gomb elengedésével. Itt ügyeljünk arra, hogy a pipetta hegye ne érjen a már bevitt folyadékba, mert ismét felszívódhat belőle.

Az állítható automata pipettákat bizonyos térfogathatárok között tudjuk állítani. Ezért ezekből egész sorozatot célszerű tartani. A legkisebb térfogatok mérésére alkalmas pipetták μl tartományban használhatók, ezért az ilyen pipettákat **mikropipettának** is nevezik. Egy mikropipetta sorozat pl. a következő tagokból áll: 0,2–10; 5–100; 10–250; 20–500; 50–1000 és 100–5000 μl . „Mikropipettákról” lévén szó a nagyobb térfogathatárokat is μl egységekben adják meg.

Léteznek ún. **elektronikus pipetták** is. Ezeknél a folyadék felszívását és kinyomását kis elektromos szivattyú végzi. A pipettával elvégzendő műveleteket előre be lehet állítani. Ezek az eszközök természetesen meglehetősen drágák.

Az állítható automata pipettákhoz hasonló, dugattyús felépítésűek és kb. a mérőhengerekével megegyező pontosságú eszközök az ún. **diszpenzerek**. Ezek a vegyszeres üvegek csavaros nyakára szerelhető adagolók nagyon praktikusak mérgező anyagok, erős savak, lúgok bemérésére. Kihasználják, hogy a vegyszergyárak szabványosított üvegekben hozzák forgalomba termékeiket, így a diszpenzerek bármelyik szabványos üvegre felszerelhetők. Az anyag felszívása előtt be kell állítani a bemérendő térfogatot egy elforgatható gyűrűvel. Fontos tudni, hogy csakis alaphelyzetben állítható a térfogat, ellenkező esetben tönkreteszhetjük a diszpenzert. Ezt követően felhúzzuk ütközésig a diszpenzer dugattyúját, mire az felszívja az üvegből a megfelelő térfogatú folyadékot. A dugattyú lassú lenyomásával nyomjuk ki a felszívott anyagot.

5.2.3. A büretták és a titrálás

A térfogatmérő eszközöknél már volt szó arról, hogy a klasszikus büretták még osztásukat tekintve is nagyon hasonlóak az osztott pipettákhoz, csak ezeket csappal látták el, ami a pontos, szakaszos adagolást teszi lehetővé. A bürettákat jól lehet használni osztott pipetta helyett is, ha ugyanabból a folyadékból sok, főként különböző térfogatú bemérést kell végeznünk. Valójában a büretta fő felhasználási területe a térfogatos mérés, az ún. titrálás. A titrálásnak igen sokféle típusát ismerjük aszerint, hogy milyen elven alapulnak, de gyakorlati kivitelüket tekintve szinte teljesen

egyformák. Itt a kivitelezés megismerése a cél, a titrálás elvi hátterének bemutatása a mennyiségi (kvantitatív) analitikai kémia feladata. Az ún. sav-bázis titrálások elve a legegyszerűbb, ezért a titrálás műveletét ilyen reakciókra alkalmazva mutatjuk be.

A titrálást oldatok között végbemenő reakciók mennyiségi viszonyainak vizsgálatára használjuk. Az egyik oldat tartalmazza a meghatározandó anyagot, ez kerül a titráló lombikba. A másik oldat a mérésre használt anyagot tartalmazza ismert koncentrációban. Ez utóbbi a mérőoldat, ezt töltjük a bürettába és abból adagoljuk. A lejátszódó reakció végpontjának egyik klasszikus jelzési módja az indikátorok segítségével történik. Az indikátorok olyan színes anyagok, amelyek színváltozással jelzik egy reakció lejátszódását. A sav-bázis titrálások lényegéről az elméleti vonatkozásokat Dr. Lázár István: Általános és szervetlen kémia című jegyzetében olvashatjuk. (114. o.)

A titráláshoz előkészítjük a bürettát. Ha egy büretta nincs használatban, azt úgy tároljuk, hogy a csap dugója és a csapház egyaránt zsírmentes, és egy vékony papírcsík van közéjük csúsztatva. Így a csap dugója nem csúszik ki, de nem is szorul meg a házban. Használatba vételkor a csapot kivesszük, a papírcsíkot eltávolítjuk, majd a csap dugójára kevés csapzsírt kenünk a fúrat alatt és felett. Ismét felhívjuk a figyelmet, hogy ne szilikonzsírt használjunk ilyen célra. Tökéletesen megfelel a gyógyszerári minőségű vazelin. A csapot a csapházba illesztjük, és elforgatjuk a dugót. Ha megfelelő mennyiségű zsírt használtunk, a csap átlátszóvá válik, ugyanakkor alsó és felső részén nem nyomódik ki zsírfelesleg. Jó tudni, hogy a túl sok zsír nemhogy nem tömít jobban, de inkább akadályozza a csap dugójának kellő mértékű becsúszását, valamint a kifolyó nyílást is eltömítheti. Zsírozni csak száraz csapot szabad. Ha használt csapot akarunk átzsírozni, azt előtte mossuk tisztára, és a zsírt is tökéletesen távolítsuk el. Erre a célra használjunk egy hurkapálcára csavart vattapamacsot, amit kloroformba mártottunk.

A bezsírozott bürettát bürettafogó segítségével szereljük a bürettaállványra. A bürettafogóval a bürettát az alsó harmadában fogjuk be, és olyan magasra szereljük, hogy a büretta csapja alá tett titrálólombikot kényelmesen ki tudjuk húzni, ne akadjon a bürettacsap hegyébe. A titrálólombik lehet a szabályos, kisméretű állólombik, de lehet kisebb Erlenmeyer-lombik is. A titrálás menetének, az indikátor színváltozásának jobb megfigyelése érdekében a titrálólombik alá célszerű egy fehér csempét is helyezni (**titráló csempe**), de legalábbis egy darab fehér szűrőpapírt. A büretta mellett tartsunk egy főzőpoharat, amibe kiengedhetjük a maradék mérőoldatot, illetve a bürettát átmosó oldatot. Használat előtt a bürettát öblítsük át a mérőoldattal. Ehhez nyissuk ki a büretta

csapját, és egy kis főzőpohárból öntsünk mérőoldatot a bürettába úgy, hogy az oldat végigöblítse a büretta falát. Ha buborékmentesen feltöltődött a büretta alsó része, zárjuk el a csapot, és töltsük fel kb. félig a bürettát. Forgassuk el a csapot jobbra-balra, miközben a mosófolyadékot a hulladékos főzőpohárba engedjük. Ha kevés zsír került volna a csap nyílásába, akkor ez ilyenkor általában lecsúszik a büretta hegyéhez és dugulást okoz. Ezt a kicsi zsírdugót igen vékony drótdarabkával távolítsuk el, ne szedjük szét a bürettát, mert akkor az egész mosási, zsírtalanítási stb. műveletet kezdhethetjük előlről. A tisztításhoz használható kis drótdarabkát egy többszálás sodrott huzalból vehetjük ki. Átöblítés után töltsük fel a bürettát a felső jel ($0,00 \text{ cm}^3$) fölé 1–2 cm-rel, majd 5–10 másodperces utánfolyási idő után állítsuk be a meniszkuszt pontosan $0,00 \text{ cm}^3$ -re. A pontos beállítást segíti, ha a bürettára, a számoszlop mögötti részen fehér alapra vékony, színes csíkot festenek (Schellbach-csík). Helyes beállításnál a meniszkus alsó pontja, valamint az előbbi csík fénytörés következtében összeszűkülni látszó része egyetlen pontba esik. Itt jegyezzük meg, hogy sötét színű oldatoknál (ilyen lehet pl. a kálium-permanganát (KMnO_4)-oldat), a meniszkusz alsó szélé szinte nem is látszik. Ilyen esetben a meniszkusz felső, vízszintesnek látszó szélét állítsuk a jelre, de ilyenkor a leolvasásnál is ezt vegyük figyelembe. A büretta nullpontra állításánál a büretta-csap hegyét érintsük a gyűjtőedény falához, és ne engedjük, hogy csepp képződjön. Ez a csepp ugyanis belecseppenne a titrálás során a mérendő oldatba, holott ez nem számít bele a mért térfogatba. Az így beállított rendszer kész a titrálásra.

A titrálólombikba mérjük be szabályosan, hasas pipettával a meghatározandó oldat adott térfogatát ($V(\text{bemérés})$). Vízrel öblítsük le a bemérést és adjunk hozzá indikátor-oldatot (ez általában 1–2 csepp). Kezdjük el a titrálást: kis adagokban engedjük a mérőoldatot a titrálólombikba a büretta csapját a kevésbé ügyes kezünkkel (bal kéz, balkezeseknél jobb) kezelve. Közben folyamatosan rázogatóással kevergessük a titrálólombik tartalmát, és figyeljük ott a színváltozást. Az első titrálás tájékoztató jellegű, azt a célt szolgálja, hogy közelítőleg megállapítsuk a „fogyás” értékét. Ha az indikátor színe megváltozott („átcsapott”), fejezzük be az adagolást. Olvassuk le a büretta állását, ez lesz a fogyás közelítő értéke. Töltsük fel a bürettát ismét nullára, és mérjük be egy újabb mintát. Fontos megjegyezni, hogy a bürettát (és az osztott pipettát is!) úgy kalibrálják, hogy a megfelelő térfogat az adott pontossággal mindig $0,00 \text{ cm}^3$ -től értendő. ($2,00$ és $5,00 \text{ cm}^3$ között nem biztos, hogy a bürettánk ugyanolyan pontos, mint $0,00$ és $3,00 \text{ cm}^3$ között!) A következő (az első pontos) titrálást már úgy végezzük, hogy leengedünk a bürettából lassan kb. fél cm^3 -rel kevesebb mérőoldatot, mint amennyi

közelítő fogyást megállapítottunk a tájékozódó mérésnél. Ezt követően már nagyon óvatosan, finoman folytassuk a mérőoldat adagolását. A bürettából egy cseppnél kisebb térfogatot („tört csepp”) is tudunk adagolni. Ezt úgy végezzük, hogy óvatosan fordítjuk a büretta csapját, és közben figyeljük a csap hegyét. Egy idő után kezd kidomborodni a kezdődő csepp. A kellő nagyságú csepp-kezdeménynél visszafordítjuk a csapot, elzárjuk, és a bürettahegyhez érintjük a titrálólombik nyakának belső oldalát. Ekkor a kezdődő csepp belefolyik az edénybe. Fecskendőpalackkal beöblítjük a mérőoldatot. Így akár század cm^3 -nyi mérőoldat is adagolható. Amikor az indikátor a titrálólombikban a megfelelő szint mutatja, abbahagyjuk a mérőoldat adagolását és leolvassuk a büretta állását. A leggyakrabban használt büretták legkisebb osztása 0,10 cm^3 -es, tehát a század cm^3 -eket becsülni tudjuk. A büretta állását, a fogyást ($V(\text{fogyás})$) tehát század cm^3 -es pontossággal kell megadni. A befejezett titrálás után még egy csepp mérőoldatot adunk a rendszerünkbe, és ha ennek hatására a vártnál jóval nagyobb változást észlelünk, azt bizonyítja, hogy helyes volt az előző fogyás érték. Ha a változás még nem nagy, akkor az előbbi eredmény is csak közelítőnek tekinthető. Több párhuzamos mérést végzünk, és a fogyások átlagértékét fogadjuk el végeredménynek. Ezzel számoljuk ki a titrálás eredményét a következő összefüggés alapján:

$$V(\text{bemérés}) \cdot c = V(\text{fogyás}) \cdot c(\text{mérőoldat})$$

A képletben a már leírt mennyiségek mellett c a meghatározandó koncentrációt jelenti, $c(\text{mérőoldat})$ pedig a mérőoldat pontosan ismert koncentrációja (a koncentrációk egyenértékre vonatkoznak). (A számolás részleteiről lásd: Farkas Etelka (szerk.): Általános és analitikai kémiai példatár.)

A **mérőoldatok** koncentrációja két módon is lehet pontosan ismert. Az egyik mód az, amikor úgy készül az oldat, hogy analitikai pontosságú bemérést végzünk egy „jól definiált” anyagból. A jól definiált anyag azt jelenti, hogy a vegyület összetétele tökéletesen megfelel a képletének, nincs változó összetételű kristályvizes formája, nem nedvszívó, nem köt meg semmit a levegőből, vagy éppen nem bomlik állás közben. Ilyen oldatot lehet készíteni például előzetesen kiszáritott NaCl-ból. A szárítás a kevés adszorpcióval kötött nedvesség eltávolítását szolgálja. (Ez a mérőoldat természetesen nem sav-bázis titrálásokhoz használható.) Úgy is lehet pontosan ismert koncentrációja egy mérőoldatnak, ha közvetlen beméréssel nem lehet elkészíteni, de pontos koncentrációjú olyan oldat készíthető, amely segítségével a mérőoldat koncentrációja meghatározható. NaOH-ból például közvetlen beméréssel nem készíthető mérőoldat, mert egyrészt erősen higroszkópos anyag, ugyanakkor erősen megköti a levegőből a

szén-dioxidot karbonátképződés közben. Ezt a karbonátréteget a NaOH-szemcsékről le kell mosni az oldatkészítés előtt, így a ténylegesen feloldott tiszta anyag mennyisége bizonytalan. Oxálsavból ugyanakkor közvetlen beméréssel készíthető oldat, és ha pontosan ismerjük ennek az oldatnak a koncentrációját, adott térfogatú részletét titrálva NaOH-oldattal, a NaOH mérőoldat koncentrációját határozhatjuk meg. Az olyan anyagokat, mint az oxálsav is, standard anyagoknak nevezzük (és tekintjük) az analitikai kémiában, mert segítségükkel mérőoldatok koncentrációját állíthatjuk be pontosan. A standard anyagok bemérésénél általában az a követelmény, hogy a bemérés analitikai pontosságú (tehát négy értékes jeggyel megadott) legyen. Egy 0,05 mólos oxálsavoldatnál pl. nem az a fontos, hogy a koncentráció pontosan $0,05000 \text{ mol/dm}^3$ legyen, hanem csak az, hogy négy értékes jegyig ismert, és közelítőleg 0,05 mólos. Például az oxálsav standardoldat koncentrációja lehet 0,04897 mólos is. Lehetnek olyan standardok is, amikor nem csak az analitikai pontosság a követelmény, hanem a konkrét érték is. Az ilyen bemérés sokkal aprólékosabb tömegmérést igényel.

A NaOH mérőoldatokat tömény ($\approx 50 \text{ \% (m/m)}$ -os) oldatból készítjük. Az oldat sűrűsége $1,53 \text{ g/cm}^3$. Kihhasználjuk, hogy az 50 \% -os, vagy annál töményebb NaOH-oldatból a Na_2CO_3 kiválik és leülepszik az oldat aljára. Ezért, ha ilyen tömény oldat tisztájából veszünk ki adott térfogatot, majd ezt frissen desztillált, vagy előzőleg kiforralt desztillált vízzel oldjuk és hígítjuk a kellő térfogatra, karbonátmentes, tiszta NaOH-oldatot kapunk. Koncentrációját a már leírt módon készült oxálsavoldattal határozzuk meg. Az oxálsav kétbázisú gyenge sav, ezért, ha lúggal titráljuk, a titrálás végpontjában dinátrium-oxalát lesz jelen, melynek oldata enyhén lúgos, tehát a $8,3 < \text{pH} < 10,0$ tartományban elszíneződő fenolftalein indikátort használhatjuk a titráláshoz. Ha figyelembe vesszük, hogy az oxálsav kétbázisú sav is, a következő módon számolhatjuk ki a NaOH mérőoldatunk pontos koncentrációját:

$$V(\text{oxálsav}) \cdot c(\text{oxálsav}) \cdot 2 = V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH})$$

$c(\text{NaOH})$ – a keresett mérőoldat-koncentráció

$V(\text{oxálsav})$ – az ismert koncentrációjú ($c(\text{oxálsav})$) oxálsavoldatból bemért térfogat

$V(\text{NaOH})$ – a meghatározandó koncentrációjú NaOH oldat fogyása a bürettából

A bürettáknak is van **elektronikus, automata változata**. Ezek nagyon sokoldalúan beállítható, nagy pontosságú eszközök. pH-mérővel és számítógéppel összekapcsolva, a mérendő oldat bemérésétől eltekintve teljesen automatikus titrálás is végezhető segítségükkel.

6. A sűrűség és mérése

A sűrűség egy anyag térfogategységre vonatkoztatott tömege. Származtatott mennyiség, dimenziója tömeg/térfogat, alap mértékegysége kg/m^3 , de a laboratóriumi gyakorlatban a g/cm^3 egységet használjuk leggyakrabban, ami megfelelő nagyságrendű mind a szilárd anyagok, mind a folyadékok, oldatok sűrűségének megadásához. Az anyagok sűrűségét a halmazállapottól függően, különböző módszerrel és különböző pontossággal lehet meghatározni.

A legpontosabb klasszikus módszer a **piknométerrel** történő mérés, ahol tömegmérésre vezetjük vissza a meghatározást. A piknométer olyan edény, amelyet jól reprodukálhatóan tudunk megtölteni folyadékkal, és kicsi méretű, így tömegét könnyen tudjuk mérni nagy pontossággal. A mérés elve, hogy jól ismert sűrűségű folyadékkal (ami legtöbbször víz) megtöltve az edényt, és lemérve tömegét, pontosan meghatározható a piknométer térfogata. Ennek ismeretében az ismeretlen sűrűségű folyadékkal megtöltve is lemérjük a piknométer tömegét, és az adatokból számolhatjuk a keresett sűrűséget. A piknométerrel áttételesen szilárd anyagok sűrűségét is lehet mérni.

A mindennapi gyakorlatban általában folyadékok gyors és viszonylag pontos sűrűségmérésére van szükség. Ennek a célnak leginkább az **areométer** (nem aerométer!) felel meg. Az areométer vékonyfalú üvegből készült, alul széles, felül elvékonyodó, hengeres szárban végződő eszköz. A felső, elvékonyodó részben látható a megfelelő sűrűség skála. Mérésnél az areométert beleengedjük a mérendő sűrűségű folyadékba, és hagyjuk, hogy az eszköz ússzon. A mérés az Arkhimédész-törvényen alapul. Egy test akkor úszik egy folyadékban, ha a test tömegének súlyereje megegyezik a test folyadékba merülő részére ható felhajtóerővel. Ez utóbbi erő arányos a folyadék sűrűségével. Nagyobb sűrűségű folyadéknál kisebb, kisebb sűrűségűnél nagyobb merülési mélység szükséges ahhoz, hogy ugyanannak a testnek az úszása megvalósuljon. Ismert sűrűségű folyadékokkal tehát beállítható az a skála, amelyet az areométeren alkalmaznak. Figyeljük meg, hogy az elmondottaknak megfelelően, a nagyobb sűrűségértékek a skála alján, a kisebbek a skála tetején helyezkednek el. A függőleges skála adatai tehát felülről lefelé nőnek. Az areométer alá nehezként sörétet helyeznek, hogy stabilizálja az eszköz függőleges irányát. A sűrűség nagymértékben függ a hőmérséklettől, ezért sokszor hőmérőt is illesztnek az

areométerbe, hogy mindig ellenőrizhető legyen az aktuális hőmérséklet. A hosszirányú merülés miatt viszonylag magas folyadékoszlop szükséges az areométer „úsztatásához”. Ezért legtöbbször mérőhengerbe öntik a mérendő sűrűségű folyadékot. Egy areométerrel nem lehet széles sűrűségi tartományban mérni. Ehhez nagyon hosszú areométerre és ennek megfelelően, megvalósíthatatlanul magas folyadékoszlora lenne szükség. Az areométerekből sorozatot állítanak össze: a sorozat egyes tagjainak a tömege más és más, így a hosszuk alig különbözik. A kisebb sűrűségek mérésére alkalmas areométerek könnyebbek, a nagyobb sűrűségek mérésére alkalmasak nehezebbek. A sorozathoz mellékelnek egy ún. kereső areométert is, amelyik viszonylag pontatlan, de megmutatja, hogy a sorozat melyik tagját válasszuk ki a pontosabb méréshez.

Az oldatok sűrűsége nem csak a hőmérséklettől, hanem a koncentrációtól is nagymértékben függ. Ha különböző hőmérsékleten, és különböző koncentrációnál ismerjük egy adott anyag oldataira vonatkozóan a sűrűség adatokat, egy ismeretlen koncentrációjú oldat sűrűségét meghatározva, megfelelő táblázat alapján megadható az oldat koncentrációja. Ilyen adatokat tüntet fel a CaCl_2 -oldatokra vonatkozóan a mellékletben megadott táblázat.

7. Szilárd anyagok tisztítása átkristályosítással

Gyakran előfordul, hogy nem sikerül olyan tisztaságú vegyszert beszerezni, amilyenre szükségünk lenne, vagy éppen jóval olcsóbban tudunk megvásárolni egy anyagot, mert nem kellően tiszta. Ilyenkor célszerű tájékozódni, hogy milyen szennyezései vannak az anyagnak, esetleg – ha van rá lehetőségünk – végezzünk egy próba tisztítást. Lehet, hogy némi munkával kiválóan tiszta anyagot nyerhetünk.

Szilárd anyagok esetében a leggyakrabban alkalmazott és legkönnyebben kivitelezhető módszer az átkristályosítás. Sok szerves anyag is oldódik vízben, de inkább szerves oldószerekben. A szerves oldószerek kezelése, az azokkal történő átkristályosítás több vonatkozásban is eltér a vizes oldatok kezelésétől. Itt csak a vizes oldatokból történő átkristályosítással foglalkozunk. Meg kell jegyezni, hogy a szerves oldószerekből történő átkristályosítás elve is ugyanez, csak a technikai kivitelezésben vannak különbségek a szerves oldószerek nagyobb illékonyasága és gyúlékonyasága, valamint a szerves anyagok nagyobb hőérzékenysége miatt.

Az anyagok oldhatósága egy adott oldószerben, leggyakrabban nő a hőmérséklettel. Ennek megfelelően, ha egy anyagból magasabb hőmérsékleten telített oldatot készítünk, az oldat lehűtése után túltelítetté válik, és szilárd anyag válik ki belőle. Ez az anyag általában tisztább, mint a kezdetben feloldott volt, mert a kisebb mennyiségben jelenlevő egyéb anyagok, szennyezések oldatban maradnak. Ez az átkristályosítás elve.

Ismert anyag átkristályosításánál táblázatból kikeressük az oldhatósági adatokat, ismeretlen anyagnál oldáspróbát végzünk. Ez utóbbi eset azt jelenti, hogy megnézzük, 1–2 g-nyi anyag milyen térfogatú vízben oldódik fel, miközben az oldatot forrásig melegítjük. Megnézzük, hogy az így kapott, közel telített oldatot lehűtve, mennyi anyag válik ki. Előfordul, hogy lehűtésnél nem válik ki anyag, ilyenkor egy üvegbottal megdörzsölgetjük az edény belső falát, vagy egy apró kristályt dobunk az oldatba az anyagunkból. Ha ilyenkor sincs anyagkiválás, azt jelenti, hogy az oldékonyság változása a hőmérséklettel nem elég nagy. Ilyen anyagok nem tisztíthatók átkristályosítással (legalábbis vízből nem).

A próba átkristályosítás, illetve táblázatból vett adatok alapján megállapítható, hogy adott mennyiségű anyag átkristályosításához milyen méretű edény szükséges. Egy ilyen megfelelő méretű edénybe mérjük be táramérlegben a szennyezett anyagot, majd adjunk hozzá annyi vizet, amennyi még kevesebb, mint amennyi a feloldásához szükséges kb. 70–80 °C-on. Melegítsük az oldatot forrásig, közben állandóan kevergessük üvegbottal, vagy rázogatóval. Ha nem oldódott fel az anyag, apró részletekben adjunk hozzá annyi vizet, hogy kb. 70–80 °C-on telített oldatot kapjunk. Előfordul, hogy lesz olyan része is az anyagnak, ami egyáltalán nem oldódik vízben (erről már az oldáspróbánál is meggyőződhetünk). Ez az anyag általában leülepszik az edény aljára. A felül elhelyezkedő forró oldatot öntsük óvatosan redős szűrőpapírra. A nem oldódott anyag nagy része visszamarad a lombikban. Ezt a szilárd anyagról történő óvatos oldat leöntést, szilárd anyag-kiülepedést nevezik **dekantálásnak**. (Lásd az Erlenmeyer-lombiknál is.)

A kapott szűrlet legtöbbször zavaros, vagy kisebb-nagyobb mértékben elszínezett. Ezeknek a szennyezéseknek az eltávolítására a legalkalmasabb az **aktívszenes derítés**. Ennek lényege, hogy a még forró oldatba kevés (kb. egy borsószemnyi) aktívszenet teszünk, majd jól elkeverjük és forrásig melegítjük a fekete oldatot. Ilyenkor az aktívszén nagy felületén sok szennyeződést megköt. Erről úgy győződhetünk meg, hogy finompórusú redős szűrőpapíron az ismét leszűrt oldat már

általában kristálytisza. Az így kapott oldatot félretesszük, hagyjuk lehűlni, majd a kivált kristályokat Büchner-tölcsérral vákuumban szűrjük. Ha lehűlés után sincs kristálykiválás, kristályosító csészébe öntjük a kapott oldatot, vízfürdőn kissé bepároljuk, és ismét hagyjuk lehűlni. Addig ismételjük a műveletet, míg elég sok kristály ki nem válik. Nem tanácsos addig párolni az oldatot, amíg meg nem indul már melegen a kristálykiválás, mert ekkor szinte „beszárad” az oldat lehűlés után, alig marad folyadék, így több szennyezés kerülhet a kivált anyagba is. A visszamaradt oldattól (anyalúg) kinyomkodott terméket igen kevés, jéghideg vízzel öblítsük le, és a terméket szárítsuk egy óraüvegen. Fontos megjegyezni: annak ellenére, hogy termékünk szép, csillogó, kristályos, lehet, hogy mégsem teljesen tiszta. Az anyagunkéhoz hasonló oldékonyságú másik anyag szennyezheti termékünket. Az ilyen szennyezést csak többszöri átkristályosítással távolíthatjuk el, ami természetesen nagyobb anyagvesztéssel jár.

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

Az anyagmegoszlásra vonatkozó összefüggés igen egyszerű:

$$D = c_1/c_2$$

D – a megoszlási hányados

c_1 és c_2 – egy adott anyag koncentrációja két, egymással nem elegyedő oldószerben.

Általában úgy adják meg ezt az értéket, hogy $c_1 > c_2$. A megoszlási hányadost talán azért nem is szokás állandónak nevezni, mert értéke sok tényezőtől függ. A szokásos termodinamikai paramétereken (hőmérséklet, nyomás) kívül attól is függ, hogy milyen formában van jelen az adott anyag a két oldószerben. Az anyag egyik oldószerrel sem léphet erősebb kölcsönhatásba, komplexek, asszociátumok nem képződhetnek, ez is feltétele a megoszlási hányados állandóságának. A leírt kölcsönhatások a legtöbb esetben kisebb-nagyobb mértékben bekövetkeznek, így a megoszlási hányados értéke általában csak szűk koncentráció-tartományban bizonyul állandónak. Ez azonban a törvény gyakorlati alkalmazása szempontjából nem jelent problémát, sőt éppen az elkülönülő fázisokban végrehajtott komplexképzéssel, vagy kémiai reakcióval igyekeznek növelni a megoszlási hányados értékét.

A törvényből egyértelműen következik, hogy ha a megoszlási hányados értéke nagy, az adott anyag koncentrációja a két fázisban jelentősen fog különbözni. A

jelenség jól használható akár kis koncentrációjú anyagok koncentrációjának növelésére (**dúsítás**), akár kis mennyiségben jelenlévő anyagok eltávolítására (**tisztítás**). A műveletek kivitelezéséhez a különböző anyagtartalmú, egymással nem elegyedő fázisokat összerázzuk, majd hagyjuk szétválni a fázisokat és elkülönítjük azokat. Ez a művelet az **extrakció**. Fontos eszköze a már bemutatott rázótolcsér, melynek használatát már részletesen ismertettük (32. o.).

9. A laboratóriumi hűtés

A laboratóriumokban nem csak melegítésre, hanem gyakran hűtésre is szükség van. Gőzök, gázok hűtésére a duplafalú, csapvízzel hűthető, legkülönbözőbb formájú hűtők szolgálnak, amelyeket az eszközök bemutatásánál már említettünk.

Erősebb hűtés érhető el az ún. **eutektikus keverékekkel**. Ezek „működési elvével” nem foglalkozunk, elég tudnunk, hogy bizonyos összetételű só–jég keverékek önmaguktól alacsony hőmérsékletet vesznek fel, így hűtésre is alkalmasak. Só alatt itt nem feltétlenül konyhasót kell értenünk, de a leggyakrabban használt keverék valóban a konyhasó–jég 1:3 tömegarányú keveréke. Az ilyen keverék összeállításához igen finomra tört jeget kell használnunk. Kitűnően alkalmazható ilyen célra a hó. A két komponenst erőteljesen összekeverve, kb. -20 °C -os hőmérséklet érhető el. A laboratóriumban alkalmazott hűtésnél nagyon fontos a jó szigetelés. Míg melegítésnél állandó teljesítménnyel állandóan jelen van a hő forrása, hűtésnél adott egy bizonyos hőkapacitású rendszer, és a hűtőteljesítmény fokozatosan kimerül. Ha a szigetelés nem megfelelő, a hő nagy része a környezetből áramlik be, és lényegesen rontja a hűtőteljesítményt. Hűtésnél célszerű jól szigetelő Dewar-edényt (termoszt) használni.

Lényegesen alacsonyabb hőmérséklet érhető el **szilárd szén-dioxiddal (szárazjég)**. Ennek hőmérséklete $-70 - -80\text{ °C}$. A probléma az, hogy hűtés közben, azaz a hűtendő rendszer melegítő hatására a szén-dioxid gyorsan szublimál. A gőz nagy sűrűségű és jó szigetelő, mintegy párnát képez a hűtendő tárgy körül, ezáltal rontja a hűtést. Ezt a problémát jól ki lehet küszöbölni egy olyan folyadékkal, amelyik még nem fagy meg a szárazjég hőmérsékletén, és használata nem is nagyon veszélyes (nem robbanékony, nem mérgező). Ilyen alkalmas folyadék az acetone. Jól közvetíti a hőt, ugyanakkor az alacsony hőmérsékleten nem is párolog erősen. Használatánál azért a nyílt lángot tartsuk távol! A hűtőkeveréket úgy készítjük, hogy először finom eloszlású szárazjeget állítunk elő, majd ezt apró adagokban termoszba öntött acetonehoz adjuk.

Közben hurkapálcával (nem fémkanállal, üvegbottal!) keverjük a rendszert. Az aceton kezdetben forrásszerű jelenséget mutat, amit a hirtelen elpárolgó szárazjégből származó CO₂-gőz okoz. A rendszer fokozatos hűlésével ez a felhabzás gyengül, majd abbamarad. A jó hűtőkeverék szilárd anyagot is tartalmazó, mézsszerű anyag, hőmérséklete $-70 - -80^{\circ}\text{C}$.

Szólnunk kell arról, hogy hogyan nyerhetünk szárazjeget a laboratóriumban. Élelmiszeripari célokra préselt formában állítanak elő szárazjeget, ezt csak össze kell törnünk használat előtt. Ilyen anyaghoz nehéz hozzájutni, ezért egyszerűbb, ha szén-dioxid palackból vesszük a szárazjeget. Ehhez a palackot ún. palackfordító állványra helyezük szelepével lefelé. A szelepcsonkra nem szerelünk nyomáscsökkentő szelepet. Ismeretes, hogy szobahőmérsékleten a palackban a szén-dioxid cseppfolyós állapotban van, és fölötte a nagynyomású, telített gőze. Ha a lefelé fordított palack szelepét kinyitjuk, a felül elhelyezkedő gőz „rásegítve” a gravitációs hatásra, szinte kipréseli a folyékony szén-dioxidot a szelep nyílásán. A nagy sebességgel kiáramló folyadék azonnal elpárolog, és ennek következtében a szelep környezete erősen lehűl. A további, kiáramló szén-dioxid megfagy, szilárd szénsavhó jelenik meg. Ha laza szövésű, de erős textilzsákkal vesszük körül a szelepcsonkot, a szénsavhó ebben összegyűjthető. Sokkal elegánsabb és könnyebb megoldás, ha ún. szénsavhó porlasztót alkalmazunk. Ezt ún. szifonos CO₂-palackra kell szerelnünk. A szifonos palackot szénsavhó előállításához gyártják. A szelepcsonkhoz a palack belsejében egy, a palack aljáig lenyúló cső csatlakozik. A palackban uralkodó gőznyomás ezen a csövön át állóhelyzetben is kinyomja a folyékony szén-dioxidot, amit a porlasztón átengedve, finom eloszlású szénsavhó képződik.

Ritkán, de lehet szükség a laboratóriumban -80°C -nál alacsonyabb hőmérsékletre is. Ekkor már cseppfolyós nitrogénre van szükség, amit speciális szigetelésű edényekben tárolnak. Cseppfolyós nitrogénnel -190°C érhető el.

MELLÉKLET

A víz sűrűsége a hőmérséklet függvényében, 4 – 35 °C között

t °C	ρ g/cm ³	t °C	ρ g/cm ³	t °C	ρ g/cm ³
4,0	0,999 97	12,0	0,999 50	20,5	0,998 10
4,5	0,999 97	12,5	0,999 44	21,0	0,997 99
5,0	0,999 96	13,0	0,999 39	22,0	0,997 77
5,5	0,999 95	13,5	0,999 31	23,0	0,997 54
6,0	0,999 94	14,0	0,999 24	24,0	0,997 30
6,5	0,999 95	14,5	0,999 17	25,0	0,997 04
7,0	0,999 90	15,0	0,999 10	26,0	0,996 78
7,5	0,999 88	15,5	0,999 02	27,0	0,996 51
8,0	0,999 85	16,0	0,998 94	28,0	0,996 23
8,5	0,999 82	16,5	0,998 86	29,0	0,995 94
9,0	0,999 78	17,0	0,998 77	30,0	0,995 65
9,5	0,999 74	17,5	0,998 69	31,0	0,995 37
10,0	0,999 70	18,0	0,998 60	32,0	0,995 02
10,5	0,999 65	18,5	0,998 50	33,0	0,994 70
11,0	0,999 60	19,0	0,998 40	34,0	0,994 37
11,5	0,999 55	19,5	0,998 30	35,0	0,994 03
		20,0	0,998 20		

Vizes kalcium-klorid - oldatok sűrűsége (g/cm³) és tömegszázalékos koncentrációja
10, 20 és 25 °C hőmérsékleten

% (m/m)	sűrűség g/cm ³		
	10 °C	20 °C	25 °C
2,0	1,0166	1,0148	1,0135
4,0	1,0337	1,0316	1,0302
6,0	1,0509	1,0486	1,0471
8,0	1,0684	1,0659	1,0643
10,0	1,0863	1,0935	1,0818
12,0	1,1045	1,1015	1,0997
14,0	1,1231	1,1198	1,1180
16,0	1,1421	1,1386	1,1366
18,0	1,1616	1,1578	1,1557
20,0	1,1815	1,1775	1,1753
25,0	1,2330	1,2284	1,2260
30,0	1,2869	1,2816	1,2790
35,0	-	1,3373	1,3345
40,0	-	1,3957	1,3927

**A kálium-nitrát (KNO₃) oldhatósága vízben
0–100 °C közötti hőmérsékleten**

100 g vízben oldódó tömeg grammban, különböző hőmérsékleten					
0 °C	20 °C	40 °C	60 °C	80 °C	100 °C
13,3	31,6	63,9	110	169	246

**Tömény (koncentrált, cc.) sav- és lúgosoldatok koncentrációja és sűrűsége
15 °C hőmérsékleten**

A vegyület képlete	közelítő koncentrációja		sűrűsége 15 °C hőmérsékleten g/cm ³
	%(m/m)	mol/dm ³	
HCl	38	12,5	1,19
HNO ₃	64	14,0	1,40
H ₂ SO ₄	96	18,0	1,84
NaOH	40	14,0	1,43
NH ₃	30	15,0	0,89

**HCl-, HNO₃- és H₂SO₄-oldatok sűrűsége és tömegszázalékos koncentrációja
15 °C hőmérsékleten**

$\rho_{15\text{ °C}}$ g/cm ³	HCl %(m/m)	HNO ₃ %(m/m)	H ₂ SO ₄ %(m/m)	$\rho_{15\text{ °C}}$ g/cm ³	HNO ₃ %(m/m)	H ₂ SO ₄ %(m/m)
1,000	0,16	1,10	0,09	1,300	47,49	39,19
1,010	2,14	1,90	1,57	1,320	50,71	41,50
1,020	4,13	3,70	3,03	1,34	54,07	43,74
1,030	6,15	5,50	4,49	1,360	57,57	45,88
1,040	8,16	7,26	5,96	1,390	61,27	48,00
1,050	10,17	8,99	7,37	1,400	65,30	50,11
1,060	12,19	10,68	8,77	1,420	69,80	52,15
1,070	14,17	12,33	10,19	1,440	74,68	54,07
1,080	16,15	13,95	11,60	1,460	79,98	55,97
1,090	18,11	15,53	12,99	1,480	86,05	57,83
1,100	20,01	17,11	14,35	1,500	94,09	59,70
1,110	21,92	18,67	15,71	1,505	96,39	60,18
1,120	23,82	20,23	17,01	1,510	98,10	60,65
1,130	25,74	21,77	18,31	1,515	99,07	61,12
1,140	27,66	23,31	19,61	1,520	99,67	61,59
1,150	29,57	24,84	20,91	1,550	–	64,26
1,160	31,52	26,36	22,19	1,600	–	68,70
1,170	33,46	27,88	23,47	1,650	–	72,97
1,180	35,39	29,38	24,76	1,700	–	77,17
1,190	37,23	30,88	26,04	1,750	–	81,56
1,200	39,11	32,36	27,32	1,800	–	86,92
1,210	–	33,82	28,58	1,825	–	91,00
1,220	–	35,28	29,84	1,830	–	92,10
1,230	–	36,78	31,11	1,835	–	93,56
1,240	–	38,29	32,28	1,840	–	95,60
1,250	–	39,82	33,43	1,8420	–	98,20
1,260	–	41,34	34,57	1,8395	–	98,90
1,280	–	44,45	36,87	1,8385	–	99,31

Tartalomjegyzék

Bevezetés.....	1
1. A laboratóriumi munka általános szabályai.....	3
2. Laboratóriumi munkavédelmi és tűzrendészeti szabályok.....	6
3. Az alapvető laboratóriumi eszközök, felszerelések és használatuk.....	12
3.1. A laboratóriumi melegítés módszerei és eszközei.....	13
3.1.1. Közvetlen melegítés.....	13
3.1.2. Közvetett melegítés.....	16
3.2. Az alapvető laboratóriumi eszközök.....	18
3.2.1. Üvegből készült eszközök.....	18
3.2.1.1. Általánosan használt edények.....	18
a.) Közvetlen lángon is melegíthető edények.....	19
b.) Dróthálón vagy betétes dróthálón hevíthető edények.....	21
c.) Vízfürdőn melegíthető edények.....	22
3.2.1.2. A szűrésnél használt eszközök.....	23
a.) A légköri nyomáson végzett szűrés.....	23
b.) A csökkentett nyomáson történő szűrés.....	26
c.) A nyomás alatti szűrés.....	29
3.2.1.3. Egyéb üvegeszközök.....	30
3.2.1.4. A vegyszerek minősége, <u>tárolása</u> , kezelése.....	35
3.2.2. Porcelán eszközök.....	37
3.2.3. Fémből készült eszközök.....	38
3.2.3.1. Általánosan használt fémeszközök.....	38
3.2.3.2. A dugófúró sorozat és a dugófúrás.....	40
3.2.4. Fából készült eszközök.....	42
3.2.5. Gumiból, műanyagból és egyéb anyagból készült eszközök.....	42
3.2.6. A laboratórium beépített felszerelései.....	43
3.3. Műveletek gázokkal, a gázfejlesztés és a gázpalackok.....	44
3.3.1. Gázfejlesztő készülékek.....	44
3.3.2. A gázpalackok.....	46

4. A tömegmérés és a mérlegek.....	50
5. A térfogatmérés és a térfogatmérő eszközök.....	56
5.1. A betöltésre kalibrált mérőlombik és kalibrálása.....	60
5.2.1. A kitöltésre kalibrált eszközök, a mérőhenger.....	62
5.2.2. A pipetták.....	62
5.2.3. A büretták és a titrálás.....	66
6. A sűrűség és mérése.....	71
7. Szilárd anyagok tisztítása átkristályosítással.....	72
8. Anyagmegoszlás két, egymással nem elegyedő oldószer között, az extrakció művelete.....	74
9. A laboratóriumi hűtés.....	75
Melléklet.....	77