

Laboratóriumi eszközök használata

TÖMEGMÉRÉS

A tömeg (m) mértékegysége a *kilogramm* (kg) - ami megfelel $1000,028 \text{ cm}^3$ 4 °C -os és $0,1 \text{ MPa}$ nyomáson lévő víz tömegének. Laboratóriumi méréseknél egységül rendszerint a kg ezred részét, a *grammot* (g) és milliommód részét, a *milligrammot* ($\text{mg} = 10^{-3} \text{ g}$) használjuk.

Laboratóriumban mérlegeléssel határozzuk meg a tömeget. **A mérések célja kétféle lehet.** Az első esetben ismeretlen tömegű anyag, vagy test tömegét kell megállapítanunk. A második esetben valamely gondosan előkészített anyagból kell meghatározott mennyiséget lemérnünk. Mindkét esetben úgy járunk el, hogy az ismeretlen tömeget ismert nagyságú *tömegsorozattal hasonlítjuk össze*.

A laboratóriumi gyakorlatban a lemérendő test (anyag) tömegétől és a mérés kívánt pontosságától függően az összehasonlításhoz különböző nagyságú és szerkezetű, különböző érzékenységgű mérleget használunk. A klasszikus típusú mérlegek a *kétkarú emelő* elvén működnek. Az egyenlő karú mérleggel szemben támasztott *követelmények*: - a jobb és bal csészén, serpenyőn mért tömeg a hibahatáron belül legyen azonos, - aránylag nagy megterhelés és egyensúly esetén - kis túlterhelés is nagy szöggel fordítsa el a mérleg karját egyensúlyi helyzetéből.

A hagyományos mérlegek működésének leírása megtalálható az Ált.kém.gyak. jegyzet: 42-46. oldalán.

A hagyományos mérlegelven működő analitikai mérlegek mellett ma már **digitális kijelzésű**, a *piezoelektromosságon* vagy *az elektromágneses erővel való kompenzáción alapuló mérlegek* egyre elterjedtebbek. Ezek igen érzékenyek. Beépítve tartalmazzák a kalibráló tömegeket, így a mérés helyén lehet hitelesíteni, vagy újrakalibrálni. A hagyományos mérlegekhez hasonlóan többféle méréshatárral és érzékenységgel bírnak. Több adattároló és feldolgozó egység is be van építve, így ezek a mérlegek igen jól használhatóak sorozatméréseknél.

A mérlegek jellemzői: a *méréshatár* - az a maximális tömeg, amivel a mérleg terhelhető, az *érzékenység* - az a legkisebb tömeg, amelyre a mutató (vagy kijelző) egy osztással kitér, a *pontosság* - a valós tömeg és a mért tömeg közötti százalékos eltérés (torzítás).

Billenősúlyos gyorsmérleget (háztartási, üzleti vagy levélmérleget) használunk, ha csak néhány grammnyi pontossággal kívánunk mérni. Ezek felső méréshatára 2-10 kg.

Táramérleget vagy laboratóriumi kézimérleget használunk, ha 0,01 g pontossággal akarunk mérni. Ezek méréshatára 100-500 g lehet.

A *precíziós mérleg* 1 mg (0,001 g) érzékenységgű mérést tesz lehetővé, felső méréshatára 100-200 g közötti.

Az *analitikai mérlegen* 0,0001 g (0,1 mg) pontossággal mérhetünk. Ez a mérleg érzékeny a légmozgásra is, ezért üvegezett szekrényben tartjuk, hogy a portól, huzattól megvédjük. Méréshatára 100-200 g.



Az igen érzékeny, 20 g méréshatárú *mikroanalitikai mérlegen* a milligramm ezredrészét ($1 \mu\text{g} = 10^{-6} \text{ g}$) is megmérhetjük.



A mérleget mindig rázkódásmentes szilárd alapra állítsuk fel, vízgőztől, savgőztől, huzattól és fűtőtesttől távol. **Mérés előtt a mérlegen található vízszintjelző buborék ellenőrzésével győződjünk meg a mérleg helyes felállításáról!** A mérleg három lába közül a csavarmenttel ellátott kettőnek magassága csavarással változtatható. Ezek segítségével a mérleg *vízszintes helyzete* beállítható. Sima asztalon a mérleg könnyen elcsúszhat, ezért lábai alá kis gumilapot szoktak helyezni.

A **mérés** megkezdése előtt meg kell vizsgálni a mérleg használhatóságát. A lábakra szerelt beállító csavarok, illetőleg a vízszintjelző segítségével szükség esetén a mérleget *vízszintes helyzetbe* állítjuk.

A mérendő tárgyat mindig a serpenyő közepére helyezzük el, hogy egyenletes terhelést okozzon!

Ha meghatározott mennyiségű anyagot kell lemérnünk, úgy járunk el, hogy először a bemérő-edény (lombik, pohár, bemérő csónak) tömegét az előzőekben leírt módon megállapítjuk, majd a **tára gomb** megnyomásával értékét nullázzuk. Ezután a belehelyezett anyag tömege közvetlenül leolvasható.

Analitikai mérlegen történő mérésnél a következő fontos szabályokat kell betartani:

1. Célszerűen és helyesen járunk el, ha a mérés előtt 5-10 percre nyitva hagyjuk a mérlegszekrény ajtóit, hogy a szekrény levegője azonos állapotú legyen a környezet levegőjével.
2. Mérés közben a mérleg-ajtókat - a hibát okozó légáramlatok elkerülésére - mindig tartjuk zárva!
3. Szobahőmérsékletünél melegebb tárgyat ne helyezzünk a mérlegre, mert a mérlegkarok egyenlőtlen felmelegedése sok hibát okoz! A szárítószekrényből kivett edényt, vagy kiizzított tégelyt exikátorban hagyjuk lehűlni mérés előtt!
4. A mérendő vegyi anyagot soha nem közvetlenül a serpenyőre helyezzük, hanem mérőedényben, óraüvegen, vagy bemérő csónakon mérjük le!
5. Savakat, lúgokat, nagy tenziójú és nedvszívó anyagokat csak jól záró, becsiszolt fedelű mérőedényben szabad mérni! Ne tartsunk a mérleg közelében maró savakat, lúgokat, mert ezek gőzei a mérleg alkatrészeit megtámadják!
6. Kerüljük azt a helytelen eljárást, hogy a mérlegszekrényben nedvszívó anyagokat (P_4O_{10} , szilikagél stb.) helyezünk el, mert ezek a mérleg belső állapotát a folytonos víz-elvonással állandóan változtatják, s így a pontos mérést lehetetlenné teszik!
7. A mérés befejezése után a mérleg terhelését a lehető legrövidebb idő alatt szüntessük meg!
8. A mérlegszekrényben a kiszóródott vegyszereket puha ecsettel szedjük össze! A kicsöppent folyadékot azonnal itassuk fel, és alkoholos papírvattával töröljük át a szennyezett területet!
9. Ügyeljünk a mérlegek tisztaságára! A mérleg helyiségben is tartsuk be a laboratóriumban szokásos rendet: **tilos enni, inni, dohányozni!**



FOLYADÉKOK TÉRFOGATÁNAK MÉRÉSE

A térfogat (ürtartalom) (V) mértékegysége a *köbméter* (m^3), ami 1 m élhosszúságú kocka térfogata. Laboratóriumi méréseknél egységül általában ennek ezred részét, a *köbdecimétert* (dm^3) és milliomod részét, a *köbcentimétert* (cm^3) használjuk.

A *térfogatomérés laboratóriumi eszközei* általában jó minőségű üvegből készült, végtérfogat jelzéssel, vagy beosztással ellátott ürmértékek, amelyeknek vagy a *tényleges belső térfogata*, vagy pedig a megtöltés után belőlük *kifolyatható folyadék térfogata* ismeretes.

Maga a *térfogatomérés* ezen eszközök bármelyikével igen egyszerű művelet, és lényegében a *folyadékfelület (meniszkusz) beállításából, vagy a meniszkusz helyzetének leolvasásából áll.*

Nedvesítő folyadékok, vizes oldatok esetében a meniszkusz homorú. Ilyenkor a **folyadékfelület legmélyebb pontjának és a térfogatmérő eszköz adott jelének, vagy beosztásának kell egybeesni!**

Térfogatmérő eszközök

A folyadék-térfogatmérő eszközöket két nagy csoportra oszthatjuk aszerint, hogy a belőlük **kifolyatható**, vagy a beléjük **tölthető** folyadék térfogatának mérésére használhatók.

A térfogatmérő eszközök használata közben a **folyadék hőmérsékletére** figyelemmel kell lenni, mert az eszköz csak azon a hőmérsékleten pontos, amelyiken hitelesítették. Ez a hőmérsékletérték (általában 20 °C) - az eszköz térfogatának értéke mellett - annak falába van bemarotva, vagy karcolva.

Betöltésre hitelesített eszközök: a **mérőhenger** és a **mérőlombik**.

A **mérőhenger** kisebb pontosságú (~1-2%) mérésekre alkalmas, úrtartalmától függően különböző beosztással ellátott, henger alakú, talpas edény, amelynek térfogata 5 cm³-től 2000 cm³-ig terjedhet. Minél nagyobb térfogatú, beosztása (0,1-1-2-10 cm³) annál kevésbé pontos.



A **mérőhengert** adott térfogatú oldószer, vagy oldat **kimérésére** használjuk.



A **mérőlombik** hosszú- és vékony-nyakú, hasas állólombik, csiszolatos dugóval és a nyakán körkörös jelzéssel. A lombikba a körkörös jelig a lombikon feltüntetett térfogatú folyadék tölthető.

A **mérőlombikot** elsősorban analitikai célokra, pontosan ismert térfogati koncentrációjú (g/dm³) oldatok, illetve ún. **mérőoldatok** (mol/dm³) **készítésére**, illetve hígítására használjuk.

Rendszerint 25, 50, 100, 200, 250, 500 és 1000 cm³-es, ritkábban 2, 5 és 10 dm³-es mérőlombikot használunk. Pontosságuk kb. ±0,06%, nagyobb, mint a mérőhengeré.

A mérőeszközből **kifolyatható** folyadék térfogatának pontos mérésére szolgálnak a különböző **pipetták** és **büretták**, valamint az automata **adagolók**.

A **pipetta** olyan 3-6 mm átmérőjű üveg szívócső, amelyen közepén hengeresen kiszélesedő kiöblösödés van a folyadék zömének befogadására, alsó vége pedig 1-2 mm átmérőjű szűkületben végződik. Az általánosan használt pipetták - a belőlük kiengedett folyadék térfogata alapján - 1, 2, 5,



10, 20, 25 cm³-esek, ritkábban 50 és 100 cm³-esek lehetnek. (A pipetták valódi térfogata a belső felületükön tapadó folyadékréteg térfogatával nagyobb a rajtuk feltüntetett térfogatnál.)

Főbb típusaik: az egy-, illetve két-körjeles **hasas-**, valamint az **osztott-** és a **mikro-pipetta**.

A **hasas-pipetták** kiöblösödött része - a pipetta befogadóképességétől függően - 0,5-4 cm átmérőjű. Meghatározott folyadéktérfogat pontos (±0,1-0,2%) kimérésére szolgálnak, és **egy- vagy kétjelű** kivitelben készülnek. A jel(ek) a pipetta (két) vékony csőrészén fut(nak) körbe.

Az **osztott-pipetta** kiöblösödött része hosszabb, egyenes keresztmetszetű, kb. 1 cm átmérőjű és általában 0,1 cm³ beosztással van ellátva. Az osztott pipetta általában 5 - 25 cm³ ösztérfogatú, és arra alkalmas, hogy több - akár különböző térfogatú - kisebb folyadékrészletet nem nagyon pontosan (±0,5-1%) mérjünk ki belőle

A **mikro-pipetták** végig egyenes keresztmetszetű, vastag falú kapilláris csövek, 0,01-0,02 cm³-es beosztással és 1-2 cm³ ösztérfogattal, az osztott pipettákhoz hasonlóak.

A *sav-pipetta* a hasas-pipettának olyan változata, amelynek felső jele fölött két gömb alakú bővülete van. Tömény savak és lúgok kimérésére szolgál.

Egyre elterjedtebbek az ún. *automata-pipetták* is. Ezek *cserélhető*, kb. 10 cm hosszúságú és 1 cm átmérőjű, végükön beszűkített *műanyag szívócsővel* (pipetta-hegy) ellátott *dugattyús* megoldású *eszközök*, amely vagy adott térfogat kimérésére szolgál, vagy kisebb intervallumban (pl. 1-5 cm³) beállítható a kívánt folyadéktérfogat is. Pontosságuk kissé elmarad a hagyományos üveg eszközökétől (kb. ±2%). A gyorsaság és a kiváló ismételhetőség azonban nagyon előnyös sorozatmérések esetén, így *jól helyettesítik az osztott-pipettát*.



A *büretta* általánosan használt alakjában egyenletes keresztmetszetű, általában 1 cm átmérőjű, 0,05-0,1 cm³ beosztású, 10-25-50 cm³ össztérfogatú mérőcső, lényegében az osztott pipettához hasonló eszköz, amelyet függőlegesen állványba fogva használunk. Az alul kissé beszűkített, egyenes, vagy meghajlított cső csiszolatos csappal elzárható. Felső, nyitott végén a folyadék betölthető. A büretta az össztérfogaton belül tetszőleges térfogatú folyadékrészletek pontos (±0,1-0,2%) leolvasására, adagolására (cseppenként is) alkalmas. Leggyakrabban az analitikában mérőoldatok adagolására (térfogatos elemzés) használják.

A *mikro-büretták* 2-5 cm³ össztérfogatú, 0,01 cm³ beosztású büretták, amelyek rendszerint utántöltő tartállyal is el vannak látva.

Az *automata-büretta* olyan hagyományos típusú büretta, amely mérőoldatot tartalmazó üvegtartályra csiszolatos feltéttel csatlakozik. Ennek *digitális változatánál automata* számláló szerkezet biztosítja a folyadék adagolását, amely ugyancsak alsó üvegtartályra csatlakozik, bajonett-zárral, vagy menetes megoldással.



A laboratóriumi sorozatméréseknél nagy segítséget jelentenek a modern *tartályos adagoló eszközök*, amelyek a folyadékot adagolófejjel ellátott üveg tartályban tárolják. Az adagolófej tulajdonképpen a fecskendőhöz hasonlóan működik, a beállított térfogatú folyadék felszívását és kinyomását biztosítja. Pontossága kb. a mérőhengerével egyezik meg, de az ismételhetőség kiváló.



A térfogatmérő eszközök használata

A térfogatmérő eszközökkel csak akkor mérhetünk pontosan, ha azok tiszták. A tiszta üvegfelületet a víz egyenletesen nedvesíti. Már nagyon kis mennyiségű zsír hatására a víz egyenlőtlenül nedvesít, a falon folyadékcseppek maradnak. *A térfogatmérő eszközök tisztítására ezért nagy gondot kell fordítani!*

A térfogatmérő eszközöket általában száraz állapotban használjuk. *Célszerű* azonban azokat az alkalmazott oldattal, folyadékkal *használat előtt kiöblíteni*. Ez elkerülhetetlen, ha eszközünk nem száraz.

A térfogatmérő eszközöket nem szabad melegíteni, vagy forró oldattal feltölteni, mert térfogatuk megváltozik és az eredeti térfogatukat csak hosszabb idő után nyerik vissza - a mérés pontatlan lesz!

Pontos méréseknél a térfogatmérő eszközeinket *kalibrálni kell*, vagyis meg kell állapítani az eszköz valódi térfogata és a ráírt térfogat-érték közötti kisebb-nagyobb eltéréseket. Az eltérés az esetek nagyobb részében jóval kisebb, mint 1%, így az egyszerű laboratóriumi méréseknél a kalibrálástól eltekintünk.

Mérőhenger

A folyadékot óvatosan töltjük a mérőhengerbe. A kívánt mennyiséghez közeledve a mérőhengert szemmagasságba emeljük, és anyagunkat nagyon lassan adagolva a folyadék meniszkuszát a megfelelő beosztásra állítjuk be! **Mérőhengert legtöbbször akkor használunk, ha csak körülbelüli térfogat kimérésére van szükség.**

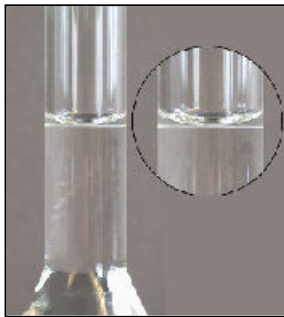
Mindig a folyadék térfogatához legközelebb eső méretű mérőhengert használjuk mérésünkhöz!



Mérőlombik

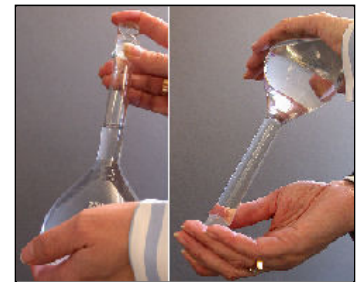
Oldat készítésekor a lemért mennyiségű szilárd anyagot kis főzőpohárban oldjuk fel (ha szükséges kis részletekben), és azokat (a pohár-öblítő részletekkel együtt) hiánytalanul a lombikba öntjük.

Folyadék, vagy oldat hígításakor a lombikot először kb. feléig töltjük oldószerrel (vízzel), a folyadékot hozzáadjuk, homogenizáljuk. Teljes elegyedés után, rázogatós közben, a lombikot annyira töltjük fel, hogy az oldat meniszkusza a jel alatt 1-2 cm-rel álljon.



Erélyes homogenizálás után fejezzük be a feltöltést. Ehhez a lombikot - nyakának felső végén fogva - úgy tartjuk ujjaink között, hogy függőlegesen lógjon lefelé, és a körkörös jele szemünkkel egy magasságban legyen. Ilyenkor a jel egyenes vonalnak látszik.

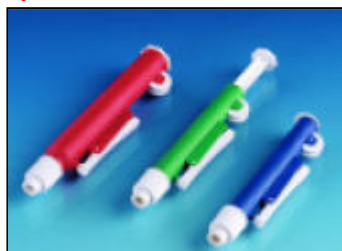
Az oldószert fecskendőpalackból addig csepegtetjük, míg az oldat meniszkuszának alsó pontja és a mérőlombik jele egybeesik - átlátszó oldatok esetén, illetve az oldatnak felső vonala és a lombik jele - átlátszatlan oldatok esetén (pl. jód-oldat, KMnO_4).



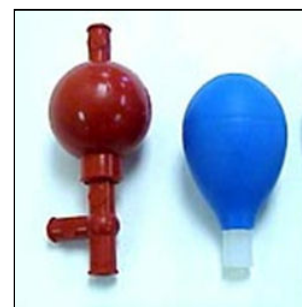
Pipetta

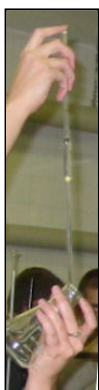
A pipetták megtöltésére kétféle gumilabda (Griffin és egyszerű pipetta labda), illetve egy dugattyús feltét (Pi-pump) használata terjedt el a gyakorlatban. Mivel **a folyadékok szájjal történő felszívása nem engedélyezett!**

Pi-pump eszközök különböző méretű pipettához



Griffin labda és egyszerű pipetta-labda





A pipettát úgy kell *megtölteni*, hogy elszűkített végét kellő mélységben a beleszívandó folyadékba merítjük, és a másik, nyitott végén óvatosan *felszívjuk a folyadékot a pipetta felső jele fölé* (gumilabda vagy pi-pump segítségével). Ekkor az eszközt kiemeljük a folyadékból, és a pipettát kívülről tiszta papírvattával *megettöröljük*. Elszűkített végét az edény száraz falához érintjük és a folyadékot a *jelig leengedjük* (meniszkusz!), miközben a pipettát függőlegesen és jelét *szemmagasságban* tartjuk.

Ha a folyadék elérte a felső jelet, a kívánt edénybe kifolyatjuk a pipettában levő folyadékot. *Kiürítéskor a pipettát függőlegesen, nyugodtan tartjuk, és csúcsát az edény falához érintjük.*

Egyjelű pipetta kiürítésekor a teljes kifolyás után még 15-20 mp utánfolyási időt várunk, miközben a pipetta csúcsát állandóan az edény falához érintve tartjuk. *A pipettában ezután is benne maradt cseppet nem fűjjük ki, hanem benne hagyjuk!*

A pipetta megtöltését és kiürítését segítő eszközök használata jelentősen eltér egymástól, ezért annak pontos menetét a gyakorlaton sajátítják el.

A folyadék kiengedésekor az edényt és a pipettát együtt emeljük fel kellő magasságba!

Automata pipetta használatakor először tiszta, száraz *pipetta-hegyet* helyezünk fel, majd a kívánt *térfogatértéket* állítjuk be (ez legtöbbször egy rögzíthető kis csavar eltekerésével valósítható meg). Ezután a marokra fogott eszközből kinyomjuk a levegőt (első ütközésig nyomjuk a dugattyút), majd a folyadékba merítjük a hegy végét, és hüvelykujjunk lassú emelésével *teleszívjuk* a pipettát. A dugattyú ismételt *lassú, de teljes ütközésig történő megnyomásával engedjük ki* a folyadékot, miközben a pipetta végét az edény falához érintjük. A pipetta-hegyben mindig marad némi folyadék, amit nem távolítunk el.

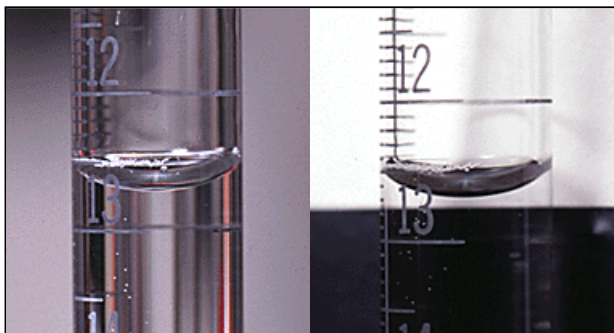
Büretta

A bürettát állványba fogva, pontosan *függőleges* helyzetben használjuk. Csapját előzetesen csapzsírral vékonyan bekenjük, úgy, hogy a furata ne tömődjek el! **A bürettát** alul, közel a hajlathoz, kb. **alsó harmadánál fogjuk a fogóba**, majd *megettöljük* a szükséges mérőoldattal, ügyelve arra, hogy a hajlatban és a csap furatában ne maradjon levegőbuborék.

Ezután a csap óvatos megnyitásával lassan *leengedjük* az oldatot a *nulla-pontig* (ez hagyományosan a 0,00 cm³ szokott lenni, de beállíthatunk más pontos térfogatot is kezdő értéknek). A meniszkusz beállításánál ügyeljünk arra, hogy a nulla-pont jelével pontosan szemmagasságban legyünk!

A csap végén maradt *cseppet* érintéssel *eltávolítjuk*, és a kívánt térfogatú oldatot a megfelelő edénybe engedjük. Amikor a bürettából adott térfogatú folyadékot mérünk ki - időt kell hagyni az *utánfolyásra*, amikor pedig titráláshoz használjuk a bürettát – a művelet végén lassan, cseppenként adagoljuk az oldatot, így biztosítva a folyadékszint kellő beállítását.

A büretta leolvasását nagy körültekintéssel kell végeznünk. A parallaxtikus hiba kiküszöbölésére leolvasáskor a **szemünknek a meniszkusszal egy magasságban kell lenni**. A meniszkusz alsó görbületes pontjának megfelelő térfogatot olvassuk le. E feltételnek könnyen eleget tudunk tenni olyan bürettáknál, melyek minden cm³ beosztásnál körkörös jellel vannak ellátva. Ezeknél a leolvasás akkor *parallaxmentes*, ha a jelet vízszintes vonalnak látjuk. Segíti a leolvasás pontosságát, ha fekete/fehér papírlapot tartunk a büretta mögött.

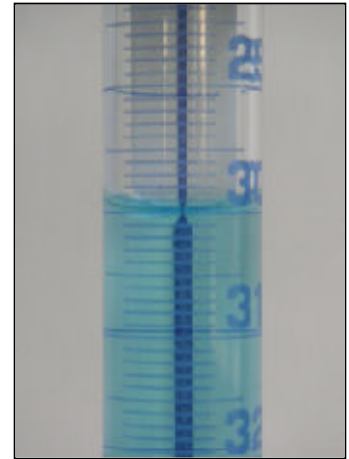


A *Schellbach-féle buretták* hátulján a skála mögött fehér alapon színes (legtöbbször kék) csík fut végig, ami szintén a leolvasás megkönnyítését szolgálja. E csík a **meniszkusz legalsó pontján**, tükröződés folytán, **összeszűkülni látszik**, így ez a pont könnyen leolvasható.

Átlátszatlan folyadékok (pl. jód és KMnO_4 oldat) térfogatértékét felületük felső pereménél olvassuk le.

Az *automata-burette* feltöltése gumilabda segítségével történik. A nulla-pont beállítás, a felesleges folyadék leszívása, automatikus. Használata és leolvasása egyebekben azonos az egyszerű burettáéval.

A *digitális automata burettát* egy tekerő tárcsa segítségével töltjük meg, amíg a kifolyónyíláson a folyadék-csepp meg nem jelenik, a számlálót nullázzuk, majd a kívánt folyadék-térfogat szintén egy tárcsa elforgatásával kiengedhető. A térfogatérték a digitális kijelzőn folyamatosan látható.



Adagolók

A folyadék-tároló tartály tetején található térfogatjelző csúszka beállításával a kívánt folyadék-térfogat kiválasztható. Ha az adagolófejet felhúzzuk, a megfelelő mennyiségű oldat az adagoló-térbe áramlik, ahonnan a fej lenyomásával, egy hajlított üvegesövön keresztül, kifolyatható. **Ügyeljünk a fej lassú lenyomására, mert a kiáramló, szétfröccsenő vegyszer balesetet okozhat!**