

3. LABORATÓRIUMI ALAPMŰVELETEK

3.1. Melegítés

Laboratóriumban az anyagok melegítését, izzítását leggyakrabban gázégővel végezzük. A gázégők földgázzal működnek, velük viszonylag gyorsan, magas hőmérséklet is elérhető. Ennek az ún. közvetlen fűtési módnak a hátránya az egyenlőtlen melegedés, a hőközlés ingadozása, az üvegedények gyakori törése. Közvetett fűtést akkor használunk, ha egyenletes melegedésre van szükség és csak kismértékű hőközlés ingadozás engedhető meg. Ekkor csökken az üvegekészülékek törésveszélye, de lassúbb a felmelegedés és alacsonyabb az elérhető hőfok. Közvetett fűtést használunk tűzveszélyes anyagok melegítése esetén. A közvetett fűtési módot hőközvetítő fürdőkkel (víz-, olaj- vagy homokfürdő) biztosítjuk. Anyagok melegítése megoldható elektromos fűtéssel is, ezek rendszerint jól szabályozható fűtőtestek, velük az anyag adott hőmérséklete huzamosabb ideig biztosítható.

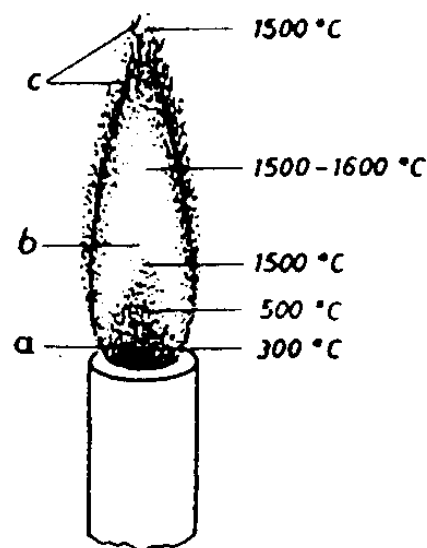
3.1.1. Gázégők

A laboratóriumban használatos gázégőkben a földgázt különböző mennyiségű levegő beáramlásával gyűjthatjuk meg. Ha a levegőző nyílásokat elzárjuk, világító, kormozó lángot kapunk. Ennek oka a tökéletlen égés: levegő hiányában a gázban levő szénhidrogének a hő hatására szénre és hidrogénre bomlanak és az így keletkező izzó szénrészecskék teszik a lángot világítóvá. Ha a levegő beáramlását biztosítjuk, tökéletes égés játszódik le, nemvilágító lángot kapunk. Levegővel kevert gáz elégetésekor szén nem válik ki, szén-monoxid keletkezik, amely a láng külső részében szén-dioxidá alakul. A nemvilágító láng részei a következők:

- a) belső, kékesen világító mag, itt nincs égés és ezért ennek a hőmérséklete a legalacsonyabb;
- b) középső zóna, itt az égés nem tökéletes, a láng CO és H₂ főleg folytán erősen redukáló tulajdonságú;
- c) külső zóna, itt az égés tökéletes, a levegő van feleslegben, emiatt a láng oxidáló tulajdonságú.

A gázláng különböző helyeinek hőmérséklete az égési folyamatok különbözősége miatt eltérő (lásd 8. ábra).

A gázégőket elzárt levegőnyílás mellett kell meggyújtani, a gázcsap megnyitása után 2-3 másodperccel. Ezután a levegőnyílást a kívánt mértékre nyitjuk ki. Ha meggyújtáskor a levegőnyílás teljesen nyitva van, előfordulhat, hogy az égő "begyullad". Ekkor a gáz nem a cső végén, hanem közvetlenül a fűvókánál ég. A gázégő begyulladását sisseregő hang, zöldre színeződő láng (az égő csöve rézből van) és a cső erős felmelegedése jelzi.



8. ábra

Gázégő lángjának részei és hőmérséklete

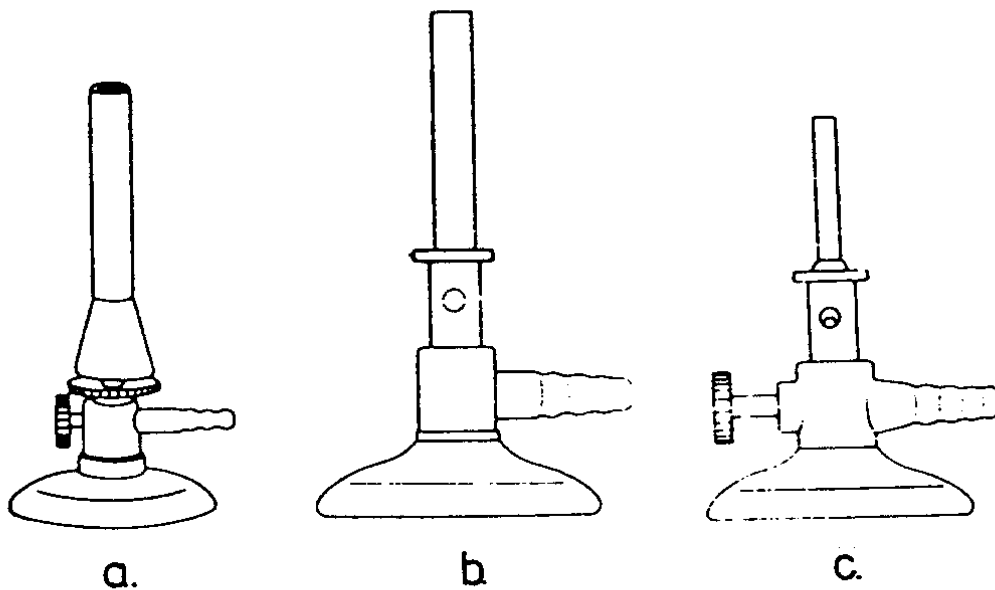
Ilyenkor a gázcsapot azonnal el kell zárni, az égőt le kell hűteni és a levegőnyílás elzárása után lehet a kiáramló gázt újból meggyújtani.

A laboratóriumban használatos gázégők típusait a 9. ábra mutatja.

A *Teclu-égő* a levegő és a gázáram pontos szabályozását teszi lehetővé. A gáz mennyiségét az oldalsó csavarral szabályozhatjuk, a levegőáramlást a vízszintes korong csavarmenetes mozgatásával növelhetjük és csökkenthetjük.

A *Bunsen-égő* esetén a levegő beáramlását a cső alsó részén levő zárógyűrűs nyílások részleges vagy teljes elzárásával szabályozhatjuk.

A *mikroégő* kisméretű *Bunsen*-rendszerű égő, a gáz áramlását szabályozó oldalsó csavarral. Akkor alkalmazzuk, ha valamilyen üvegszüléket kis felületen kell melegíteni (lásd olvadáspont-meghatározás, forráspont-emelkedés mérés, II. kötet).



9. ábra

Gázégők típusai: a) Teclu-égő, b) Bunsen-égő, c) mikroégő

Közvetett fűtéshez használatos fürdők közül a *vizfürdő* maximálisan 80 °C-ig használható, mivel a folyadékfürdő és a belemerülő üvegedényben levő folyadék hőmérséklete között kb. 20-30 °C különbség van. Az *olajfürdő* közel 300 °C-ig használható, mivel — az olaj minőségétől függően — 250-300 °C-ig melegíthető. Különös figyelmet kell fordítani arra, hogy víz ne kerüljön az olajba, mert melegítés közben ez az olaj fröcskölését idézi elő. Ugyancsak vigyázni kell, hogy a magas hőmérsékleten az olaj ne gyulladjon meg. *Homokfürdőt* 300 °C feletti hőmérsékleteken használhatunk. Hátránya, hogy az adott hőmérsékletet nehéz beállítani. Ezek a fürdők "háziilag" könnyen elkészíthetők, csupán megfelelő méretű edénybe — pl. fazékba — kell tölteni a vizet vagy olajat, amibe a melegítendő üvegedényt behelyezzük. Homokfürdőt lapos fémtartályban — pl. tepsiben — alakíthatunk ki. Ismeretesek gyári készítésű víz- és homokfürdők is, amelyekben a fűtést nemcsak gázzal, hanem elektromos árammal is biztosítják, az utóbbi esetben a kívánt hőmérséklet beállítása is megoldható.

3.1.2. Elektromos fűtési rendszerek

A gázzal történő melegítéssel szemben az elektromos áram előnye, hogy a kívánt hőmérséklet könnyebben beállítható, a szabályozás megoldható. Legegyszerűbb fűtőtest a *merülő forraló* és a *villamos főzőlap*. Magasabb hőmérsékletek elérésére elektromos fűtésű *szárítószekrények* (50-260 °C között) és különböző kivitelű

kemencék használatosak. Ilyenek a *tégelykemence*, az *izzítókemence*, a *csökemencék*. Ezek a kemencék 200 és 1000 °C között használhatók.

3.2. Hűtés

A laboratóriumi műveletek során gyakran szükséges a reakcióelegy hűtése, hőmérsékletének csökkentése. Legtöbbször közvetett hűtést alkalmazunk: a reakcióelegyet tartalmazó edényt vagy készüléket valamilyen hűtőközeget tartalmazó nagyobb edénybe helyezzük. Ritkábban fordul elő, amikor közvetlen módon, pl. jégreöntéssel érjük el a kívánt alacsonyabb hőmérsékletet. Hűtésre legtöbbször *csapvizet* használunk álló vagy áramló hűtőközegként. A csapvíz áramoltatásakor ellenáramú hűtéssel hatékonyabban dolgozhatunk (lásd a desztillálást ismertető 3.7. fejezetet). Alacsonyabb hőmérséklet érhető el *jeges vízzel*, illetve *jég-víz keverékkel*. A jég-víz rendszer 0 °C-os egyensúlyi hőmérsékletét apróra tört darált jég kásaszerű keverékével biztosíthatjuk. 0 °C-nál alacsonyabb hőmérsékletek *hűtőkeverékekkel* érhetők el. Ezek a hűtőkeverékek legtöbbször szervesetlen sók vízzel alkotott eutektikumai: az eutektikus hőmérsékleten a só a jéggel, adott összetétellel egyszerre fagy ki. Alacsony hőmérséklet érhető el jég és tömény sósav keverékével is: a hőmérsékletcsökkenést a jég nagyobb olvadáshője és a sósav kisebb hígítási hője közötti különbség okozza. A *szárazjég* vagy *szénsavhó* kristályos szén-dioxid, fehér, erősen párolgó porszerű anyag. A párolgó szén-dioxid önmagában is alkalmas -79 °C biztosítására, de még jobb hűtőkeveréket kapunk, ha nagy párolgáshőjű szerves oldószerekkel péppé keverve alkalmazzuk. Igen alacsony hőmérsékletek érhetők el *cseppfolyósított gázok* (levegő, nitrogén, hélium) alkalmazásával. A hűtőközegek tárolását és használatát szigetelt falú edényben, *Dewar-edényben* vagy *termoszpalackban* végzik. A termoszpallack evakuált kettős falú edény, falán jól tükröző bevonattal, amely az edény belsejében jó hőszigetelést biztosít. A IV. táblázatban a fontosabb hűtőközegeket tüntettük fel.

IV. táblázat

Hűtőközegek összetétele és hőmérséklete

Hűtőközeg	Összetétel [(m/m)%]	Elérhető hőfok (°C)
NH ₄ Cl—jég	19 : 81	-15,8
NaCl—jég	23,5 : 76,5	-21,2
CaCl ₂ —jég	59 : 41	-54,9
szárazjég		-79
36% HCl—jég	25 : 75	-86
szárazjég—aceton		-86
szárazjég—éter		-100
cseppfolyós levegő		-187
cseppfolyós nitrogén		-195,8
cseppfolyós hélium		-268,6

3.3. Oldás, oldatkészítés

Oldatnak nevezzük azokat a két- vagy többkomponensű, fizikailag homogén elegyeket, amelyekben az egyik komponens mennyisége rendszerint jóval nagyobb a többinél. Ezt a komponenst *oldószernek* nevezzük, a többit *oldott anyagnak*. Oldatok létezhetnek szilárd, cseppfolyós és gázállapotban. Szűkebb értelemben a folyékony fázisú többkomponensű elegyeket tekintik oldatnak. Laboratóriumunkban döntően vizes oldatokkal dolgozunk, mivel a leggyakrabban használt és legfontosabb oldószerünk a víz. Az *oldásnak* azt a folyamatot nevezzük, amelynek során oldat, azaz átlátszó, tiszta, homogén folyadék keletkezik. Az oldás lehet fizikai vagy kémiai folyamat.

Fizikai oldás során az oldott anyag kémiai változás nélkül oldódik az oldószerben. Ilyen pl. a konyhasó, cukor, alkohol stb. vízben való oldódása. Az így keletkezett oldatból az oldószer elpárologtatása révén az oldott anyag változás nélkül visszanyerhető. Az oldószerek lehetnek polárisak (pl. víz, alkohol), vagy apolárisak (pl. benzol, hexán). Általában minden oldószer a hozzá hasonló jellegű vegyületeket

képes fizikailag oldani: poláris oldószerek poláris vegyületeket, apoláris oldószerek apoláris anyagokat.

Kémiai oldás során az oldandó anyag és az oldószer között kémiai reakció játszódik le. Ilyen pl. fémek oldódása savakban, alkálifémek oldása vízben, vízben oldhatatlan vegyületek — csapadékok — oldása savakban, lúgokban, egyéb vegyszerekben stb. Kémiai oldás után a keletkezett oldatból nem tudjuk visszanyerni az eredeti oldandó anyagot kémiai beavatkozás nélkül. Tulajdonképpen a kémiai oldás eredményeként vízben vagy más oldószerben fizikailag oldható vegyületet kapunk, amit aztán a jelenlévő oldószer, a víz fizikailag old. Így a kémiai oldást mindig fizikai oldás is követi.

Vizsgáljuk meg, milyen folyamatok játszódnak le az oldás során? Az oldás az oldandó anyagnak az oldószerrel érintkező határfelületén végbemenő folyamat. Minél nagyobb felületen érintkezik az oldandó anyag az oldószerrel, annál gyorsabban játszódik le az oldódás. Ezért célszerű az oldandó anyagot oldás előtt összetörni, *porítani*. Kezdetben csak a felület környezetében megy végbe az oldás, a feloldandó anyagtól távolabb, az oldat belsejében az oldott anyag koncentrációja lényegesen kisebb, mint ebben a határfelületi rétegben. A rendszer azonban koncentráció kiegyenlítődésre törekszik, így az oldott anyag részecskéi a koncentrációesés irányában elmozduinak, *diffúzió* következik be. A diffúzió sebessége a koncentrációkülönbségtől (koncentrációgradienstől), a hőmérséklettől és az anyagi minőségtől függ. Ha az oldatot *megkeverjük*, ezáltal meggyorsítjuk a koncentráció kiegyenlítődést, növekszik a diffúzió, az oldódás sebessége. Ugyancsak növelhető az oldódás sebessége a *hőmérséklet növelésével* is. A melegítés egyrészt természetes keverést biztosít, másrészt növeli a diffúzió sebességét, harmadrészt nő a telített oldat koncentrációja is (lásd később).

Az oldást legtöbbször főzőpohárban vagy *Erlenmeyer*-lombikban végezzük, vízfürdőn vagy gázlángon melegítve. A főzőpoharat óraüveggel, az *Erlenmeyer*-lombikot a szájába tett kis tölcsérrel szoktuk lefedni, hogy csökkentsük az oldószer párolgási veszteségét. Az edényeket teljesen lezárni — pl. dugóval — tilos, ekkor ugyanis a zárt készülékből nem lenne biztosítva a szükséges szellőzés és az edényben növekvő nyomás szétrobbanthatja a készüléket, balesetet okozhat és az anyagunk is kárbavész.

3.3.1. Az oldatok összetétele

Ha valamilyen anyagból egy adott hőmérsékleten már nem tudunk többet feloldani az oldószerben, *telített oldatot* kapunk. A telített oldat összetétele (koncentrációja) adott hőmérsékleten csak az anyagi minőségtől függ, azaz jellemző az oldandó anyagra. Ezt a jellemző adatot az *oldhatósággal* fejezzük ki, amely megadja, hogy 100 g oldószer (víz) hány gramm anyagot képes feloldani az adott hőmérsékleten. A Függelékben levő oldhatósági táblázat különböző szervesetlen vegyületek adatait tartalmazza különböző hőmérsékleteken. Az oldhatóság a legtöbb vegyület esetén a hőmérséklet növelésével nő, néhány anyagnál gyakorlatilag nem változik (pl. NaCl), és néhány vegyületnél az oldhatóság csökken (pl. CaSO₄). Az olyan oldatot, amelyben az adott hőmérsékleten még lehet a kérdéses anyagból feloldani, *telítetlen oldatnak* nevezzük. *Túltelítettnek* nevezzük azt az oldatot, amely az oldhatóságnál több oldott anyagot tartalmaz. Az ilyen oldat *metastabilis* állapotban van, könnyen megindul belőle az oldott anyag kiválása, kristályosodása (lásd később). Az oldhatósági táblázatokon kívül gyakran használunk diagramokat is: ezeken a hőmérséklet függvényében ábrázoljuk az anyagok oldhatóságát.

Az oldatok összetételét a *koncentrációval* adhatjuk meg. A koncentráció az oldott anyag és az oldószer mennyiségének viszonyát fejezi ki. Számos koncentrációegység ismeretes, amelyek egymásba átszámíthatók. (Részletesebben lásd a "Kémiai számítási gyakorlatok" c. jegyzet II. fejezetét). Itt mindössze a laboratóriumi gyakorlatban legelterjedtebb két koncentrációegységet említjük meg.

A *tömegszázalék* [(m/m)%] kifejezi, hogy 100 g oldatban hány gramm oldott anyag van. Itt említjük meg, hogy az oldatok készítésénél csak a tömegek additivitásával számolhatunk, a térfogatok nem additívek: folyadékok elegyítésekor vagy szilárd anyag oldásakor *dilatáció* (térfogatnövekedés) vagy *kontrakció* (térfogatcsökkenés) következik be.

A *molkoncentráció* vagy *anyagmennyiség-koncentráció* (mol/dm³; M) kifejezi, hogy 1 dm³ oldatban hány mol oldott anyag van. Ennek a koncentrációegységnek régebbi elnevezése: molaritás.

Az oldatok összetételének fontos jellemzője a savasságuk, illetve lúgosságuk mértéke, a kémhatás. Vizes oldatok kémhatása a hidrogénion, illetve hidroxidion-koncentrációjától függ. Ezt a *pH* értékével fejezzük ki. A pH a hidrogénion-koncentráció tizes alapú logaritmusának negatív előjellel véve:

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]$$

(Tulajdonképpen hidroxóniumionról (H_3O^+) és ionaktivitásról kellene beszélnünk. Ezekről lásd az elméleti jegyzetet ("Általános és szervetlen kémia I."), illetve a pH-méréssel kapcsolatban ezen laborjegyzet II. kötetét.)

Szobahőmérsékleten a desztillált víz semleges kémhatású, pH-ja 7, a savas oldatok pH-ja 7-nél kisebb, lúgos kémhatású oldatok pH-ja 7-nél nagyobb.

A laboratóriumban leggyakrabban *indikátorpapírral* határozzuk meg a vizes oldatok pH-ját. Az indikátorpapírok különböző anyagokkal átitatott papírcsíkok, amelyek a rácseppentett oldat pH-jától függően színüket megváltoztatják. Az *univerzális indikátorpapír* 1-12 pH-tartományban 0,5-1 pH-egységnyi pontossággal jelzi az oldat kémhatását. A *finomskálás indikátorpapírok* szűkebb intervallumban pontosabb mérésre alkalmasak, ezekkel 0,3 pH-egységnyi hibával mérhetünk.

Ezen kívül számos egyéb módon is mérhetünk pH-t. Ilyenek többek között: kolorimetriás mérés pufferoldatok és indikátoroldatok segítségével, sav-bázis titrálás, elektromotoros erő mérése, elektromos vezetés mérés stb. (Részletesebben lásd a II. kötet megfelelő fejezetét.)

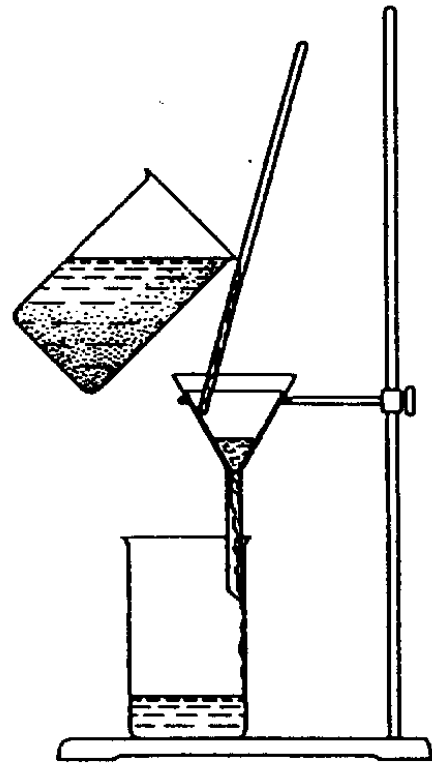
3.4. Csapadékok leválasztása, szűrés

Csapadéknak nevezzük azokat az anyagokat, amelyek adott oldószerben, adott hőmérsékleten rosszul oldódnak. A *csapadékleválasztás* az a folyamat, amelynek eredményeként oldhatatlan szilárd termék válik ki az adott tiszta oldatból. A rosszul oldódó vegyületek telített oldatának koncentrációját nem az oldhatósági adattal (g oldott anyag/100 g víz), hanem az *oldhatósági szorzattal* szoktuk megadni. Az oldhatósági szorzat a csapadék telített vizes oldatában levő ionok koncentrációjának szorzata (mol/dm^3 -ben), amely az anyagi minőségen kívül a hőmérséklettől függ. Ha az egyik ion koncentrációját növeljük, a másik ion koncentrációjának csökkennie kell, hogy a szorzat állandó maradjon. Ezt használjuk ki akkor, amikor a csapadékleválasztáshoz a reagenst 5-10%-os feleslegben alkalmazzuk és a szűrőn a csapadék mosását saját iont tartalmazó mosófolyadékkal végezzük. Ezáltal a csapadék oldhatóságának csökkenését, a csapadékleválasztás tökéletesebbé tételét érjük el. Maga a csapadékleválás különböző kémiai reakciók révén oldatok összeöntésével, gázbevezetéssel, oldószercserével, kisózással vagy más módon következhet be. A csapadék konzisztenciája a körülményekkel változtatható:

melegen vagy hidegen, lassú vagy gyors reagensadagolással, milyen reagensfelesleggel, keveréssel vagy anélkül végezzük-e a leválasztást. Mindezekkel finomeloszlású, nehezen szűrhető, vagy durvaszemcsés, jól szűrhető csapadék választható le. Sokat javulhat a szűrhetőség, ha a csapadékos oldatot szűrés előtt vízfürdön állni hagyjuk 1-2 órán át. Ez a folyamat az *ülepítés*, amelynek eredményeként a csapadékos, zavaros oldatból a szilárd csapadék szétválik a kisebb sűrűségű oldószertől. A szétválás sohasem teljes mértékű, és előfordul az is, hogy a lassú ülepítés nem vezet megfelelő eredményre. A folyamat gyorsítható és csaknem teljessé tehető különböző *centrifugák* alkalmazásával. Az ülepítés után a folyadék tisztáját leöntve végezzük a szétválasztást, azaz *dekantálva* szűrünk. A dekantálás előnye, hogy a szűrés gyorsabban végezhető és a mosás, az anyalúg eltávolítása kevesebb mosofolyadékkal oldható meg. A dekantálással elkerüljük a szűrőfelület idő előtti eltömődését, mivel a leszűrendő folyadéknak nem kell a csapadékrétegen, mint szűrőrétegen keresztülhatolni. A dekantálva szűrést akkor alkalmazzuk, ha a szűrendő folyadékban sok szilárd anyag van és ha a csapadékot alaposan ki kell mosnunk. Csapadékos, zavaros folyadékok ülepítése magas, keskeny főzőpohárban végezhető, az alacsony, széles kristályosítócsésze erre a célra nem alkalmas.

Az ülepítésnél jobb szétválasztás érhető el *szűréssel*. A szűrés során a zavaros folyadékot olyan porózus rétegen folytatjuk keresztül, amelyen a szilárd részecskék fennakadnak és a pórusokon csak a folyadék részecskék tudnak áthaladni. Laboratoriumban szűrőréteggént leggyakrabban *szűrőpapírt* alkalmazunk. A szűrőpapír kémiaileg ellenálló, jó minőségű porózus papír, hamutartalma kicsi, nem tartalmaz kioldható szennyezéseket. Különböző minőségű és pórusméretű szűrőpapírokat gyártanak, ívekben és dobozokban körlapok alakjában kerülnek forgalomba.

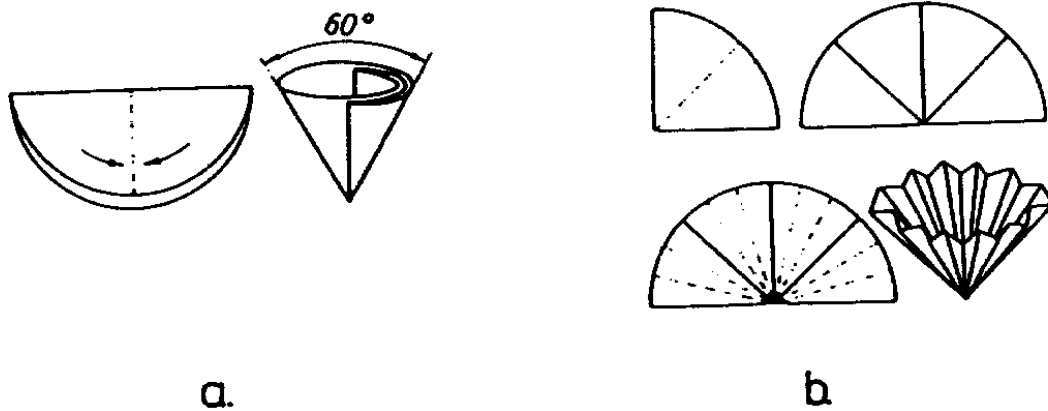
Szűrőskor a szürendő folyadékot üvegbot mentén öntsük fel a tölcsérrre, az üvegbotot az edény szájához támasztva. Így elkerüljük a folyadék kifröcskölését a tölcsérből. A tölcsér szárát érintsük a szűrletet tartalmazó edény falához, így az edény falán lecsurgó folyadék anyagveszteség nélkül jut az edénybe és itt sem történik kifröcskölés (lásd 10. ábra). Szűrőpapíron kívül egyéb anyagokat is használhatunk szűrőréteggént, így pl. porózus üveget tartalmazó üvegszűrőt, üvegyapot vagy gyapot réteget, azbeszt szűrőréteget. Ezeket akkor alkalmazzuk, ha a szürendő folyadékok a szűrőpapírt megtámadják.



10. ábra
Szűrés üvegtölcséren

3.4.1. Szűrés üvegtölcséren

Ha üvegtölcsért használunk szűréshez, akkor kétféle módon helyezhetjük bele a szűrőpapírt: sima vagy redős papírt készítve (lásd 11. ábra).



11. ábra
Szűrőpapír készítése: a) sima szűrőpapír, b) redős szűrőpapír

A *sima szűrőpapír* alakja követi a tölcsér vonalát, részben ráfekszik annak falára, szűrőfelülete kicsi. A 60° nyílásszögű üvegtölcsérbe beillesztett kúppalást alakú szűrőpapírt desztillált vízzel megnedvesítve légbuborékmentesen tapasztjuk a tölcsér falához. Sima szűrőt akkor használunk, ha a szűrőn maradt anyagra, a csapadéokra a későbbiekben szükségünk van. Sima szűrőpapíron a csapadék könnyen kimosható és könnyen eltávolítható róla. Tölcsérnek hosszú szárú *analitikai tölcsért* használunk, ennél a szűrő szárában kialakuló folyadékoszlop szívóhatása a szűrést jelentősen gyorsítja.

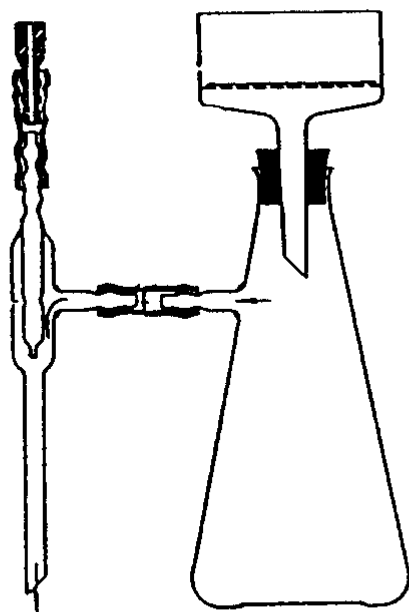
A *redős szűrő* harmonikaszerűen összehajtogatott papírtölcsér, amely nem fekszik fel az üvegtölcsér falára. Szűrőfelülete nagyobb, a szűrés gyorsabb, mint sima szűrőpapír használatakor. Akkor használjuk, ha a tiszta oldatra, a szűrletre van szükségünk, hiszen a redős szűrőpapírról nehéz a csapadék eltávolítása és kimosása. Így pl. kis mennyiségű oldhatatlan szennyezést tartalmazó oldatok tisztítása esetén használjuk ezt a szűrési módot. Ilyenkor *rövid szárú tölcsért* használunk.

A szűrőpapír méretének akkorának kell lennie, hogy a tölcsérbe helyezve kb. 0,5 cm-rel legyen kisebb az üvegtölcsér pereménél. Egyszerre csak annyi szürendő folyadék önthető a tölcsérbe, hogy a folyadék szintje kb. 0,5 cm-rel alacsonyabb legyen a szűrőpapír szintjétől. Az üvegtölcsérek forró oldatok szűrésére is használhatók. Ilyenkor célszerű a tölcsért előre felmelegíteni, pl. vízfürdőre helyezve.

3.4.2. Szűrés vízsugárszivattyúval

A szűrés meggyorsítható, ha szívást, vákuumot alkalmazunk. Ennek legegyszerűbb és legelterjedtebb módja a *Büchner-tölcsér*, szívópalack, vízsugárszivattyú részekből álló rendszer használata (lásd 12. ábra).

A vízsugárszivattyút vastag, gyakran vászonbetétes gumicsővel erősítjük a vízcsapra rögzítőbilincs segítségével. Maga a vízsugárszivattyú (lásd 5.c ábra) rendszerint üvegből készített egymásba épített koncentrikus kettős csőrendszer, a külső falán elvezetőcsonkkal ellátva. Amikor a vízcsapot kinyitjuk, a belső cső szűkületéből kilépő nagy sebességű vízsugár a körülötte levő levegőt beszívja és az a lefolyó vízzel távozik. Így a légnyomás csökken és ez okozza a szívóhatást a vízsugárszivattyú elvezető csonkjához vákuum gumicsővel csatlakozó szívópalackban.



12. ábra

Szűrés vízsugárszivattyúval

A vízsugárszivattyúval elérhető legjobb vákuumot — legkisebb nyomást — a víz hőmérséklete határozza meg. A szívópalackban ugyanis az adott hőmérsékletű vízgőz tenziójánál kisebb nyomás nem állítható elő. Szobahőmérsékleten ez az érték 1,3-2,6 kPa (10-20 Hgmm). A szívópalack vastag falú üvegből készül, ami ellenáll az 0,1 MPa külső túlnyomásnak (légköri nyomásnak). Ugyanakkor a szívópalack nem hőálló, melegíteni nem szabad. A szívópalackhoz légmentesen záró gumidugóval erősített porcelán *Büchner*-tölcsér (lásd 6.d ábra) csatlakozik. A tölcsér perforált lapjára kör alakúra vágott szűrőpapírt helyezünk, amely az összes lyukat takarja, de átmérője kisebb legyen a tölcsér belső átmérőjénél, hogy a szűrőpapír ne hajoljon fel a tölcsér belső oldalfalára. A szűrés megkezdése előtt a szűrőpapírt desztillált vízzel kissé megnedvesítjük és rászívátjuk a perforált lemezre.

A szűrés befejezésekor a csatlakozást a gumicsőnél bontsuk meg, vagy a tölcsért emeljük ki, és csak ezután zárjuk el a vízcsapot, különben a nyomásváltozás miatt a víz visszaáramlik a szívópalackba. Visszaszívás következhet be akkor is, ha a víznyomás valamilyen okból csökken. A visszaszívás elkerülésére a vízsugárszivattyú és a szívópalack közé visszacsapó szelepet vagy pufferalackot, továbbá egy, a külső légtérrel is összeköthető T-csapot szoktak közbeiktatni.

A *Büchner*-tölcséren való szűrést gyakran alkalmazzuk a laboratóriumi munkában. Különösen célszerű ezt a szűrési módot választani, ha nagyobb mennyiségű szilárd anyagot tartalmazó folyadékot kell szűrünk. Egyaránt használható kristályos preparátumok és porszerű, mikrokristályos csapadékok szűrésére. Ha a csapadékot ki akarjuk *mosni*, az anyalúgot el akarjuk távolítani, nem szabad a folyadékot erősen leszívattunk, mert akkor a csapadék megrepedezik. Amint leszívódott az oldat a csapadék felületéről, a vákuumot megszüntetve felöntjük a mosófolyadékot. Csak akkor szívattuk le az oldatot teljesen, amikor már befejeztük a mosást. A tökéletes leszívattás érdekében a *Büchner*-tölcséren levő aprókristályos vastag csapadékrétegből az anyalúgot megfordított lapos tetejű üveg dugóval lenyomkodva préseljük ki. A *Büchner*-tölcséren levő anyagból a maradék nedvességet levegőátszívattással távolíthatjuk el. Ha a szűrőn levő anyagot alacsony forráspontú, vízzel elegyedő szerves oldószerezrel — alkohollal, acetonnal — átöblítjük, gyorsabban megszárrítható a preparátum.

A készítmény tisztaságáról úgy győződhetünk meg, hogy a lecsepegő mosófolyadékból időnként kémcsőbe mintát veszünk és ezt az adott szennyező ionra megvizsgáljuk. Így állapíthatjuk meg pl. hogy az anyagunk kloridionmentes. A *Büchner*-tölcséren levő jól leszívattott csapadék levételekor a tölcsért megfordítva porcelán tálba vagy óraüvegre helyezzük, majd kezünkkel csövet formálva belefűjünk a tölcsér szájába, anélkül, hogy az szájunkhoz érjen. A csapadék a szűrőpapírral a porcelán tálba vagy óraüvegre esik. Ha száraz szűrőpapírral leitatjuk a nedves papírt, az a csapadékról könnyen leemelhető lesz.

A vízsugárszivattyút nemcsak szívópalackhoz kapcsolva használjuk, hanem többek között vákuumexszikkátor, vákuumszárítószekrény, vákuumdesztilláló készülék légtelenítésére is.

Savas oldatok szűrésére nem használhatunk szűrőpapírral ellátott *Büchner*-tölcsért, mert ezek az oldatok károsítják a szűrőpapírt. Ilyenkor porózus üveglemez szűrőfelületű *üvegszűrőket* használhatunk. Az üvegszűrők pórusmérete változó, a G00 jelű, 250-500 μm pórusátmérőjű típustól a G5 jelű, 2 μm átmérőjűig. Minden esetben a szürendő anyag szemcsemérete határozza meg az alkalmazandó üvegszűrőt. Az analitikában a csapadékos mennyiségi meghatározásokhoz is gyakran használnak üvegszűrőt, mivel ezzel a szűrés gyorsan végrehajtható, a csapadék a szűrőn szárítható és mérhető. Az üvegszűrők hőállóak, általában 250 °C-ig használhatók.

3.5. Szárítás

Szárításnak nevezzük a víz vagy más oldószer eltávolítását valamilyen anyagból. Nemcsak szilárd anyagok száríthatók, hanem folyadékok és gázok is. A továbbiakban elsősorban szilárd anyagok vízeltávolítását ismertetjük.

Szilárd anyagokból legkönnyebben az anyag felületén fizikailag kötött adszorbeált víz távolítható el, a kristályrácsba beépült kristályvíz már nehezebben, végül a vegyületben kémiai erővel kötött szerkezeti vagy konstitúciós víz eltávolítása a legnehezebb. A szárítást végezhetjük levegőn szobahőmérsékleten, levegőn hevítéssel és zárt térben, vízelvonószerrel segítségével. Gyakran vákuumot is alkalmazunk. A szárítandó anyag tulajdonságaitól és a szárítás kívánt mértékétől függ, hogy melyik módszert alkalmazzuk.

Levegőn szobahőmérsékleten olyan anyagokat szárítunk, amelyek hevítés vagy vízelvonószer hatására bomlanak, illetve a kívántnál több vizet veszítenek. Ilyenek a kristályvíztartalmú vegyületek. Ennél a szárítási módnál arra törekszünk, hogy csak a felületen adszorbeált víz távozzon el. A szárítást végezhetjük úgy, hogy az anyagot szűrőpapírlapok közé helyezzük vagy óraüvegre terítjük. Ez lassú, kíméletes szárítási mód. A folyamatot gyorsíthatjuk, pl. *Büchner*-tölcséren történő *levegőátiszívással* vagy ventilátor alkalmazásával. A kristályvíztartalmú anyagok jellemző gőznyomással rendelkeznek adott hőmérsékleten. Ha ez a gőznyomás nagyobb, mint a körülötte levő tér parciális vízgőznyomása, a kristály vizet veszít, elmállik. Ha a levegő parciális vízgőznyomása nagyobb a kristályhidrátnak megfelelő vízgőznyomásnál, az anyag vizet vehet fel és szétfolyik. Az olyan anyagokat, amelyek képesek felvenni a levegő nedvességtartalmát, *nedvszívó* vagy *higroszkópos* anyagoknak nevezzük. Ezek a higroszkópos anyagok alkalmasak vízelvonószerként, szárítószerként való felhasználásra (lásd később).

Az anyagok szárítása végezhető *levegőn hevítéssel* is. Hevítéssel kristályvizet nem tartalmazó anyagokat szárítunk. Ügyelni kell arra, hogy a szárítás hőmérsékletén még ne induljon el az anyag bomlása. Szilárd anyagok szárítását legtöbbször *szárítószekrényben* végezzük. A szárítószekrények általában elektromos árammal fűtött, hőfokszabályozós készülékek. A hőmérsékletet leggyakrabban 105 °C-ra állítjuk be, ezen a hőfokon a kívánt szárítás az anyag károsodása, bomlása nélkül elérhető. A szárítószekrénybe az anyagot porcelán tálon helyezzük be, sohasem szabad közvetlenül, vagy szűrőpapíron berakni az anyagot. A szárítószekrényen

szellőzőnyílás van, amelyen a vízgőz eltávozhat. A szárítás hatásossága növelhető *vákuumszárítószekrény* alkalmazásával. A vákuumszárítószekrénynek vákuumbiztos ajtaja van, kivezető elszívócsonkkal és manométerrel van felszerelve. A szekrénybe még valamilyen nedvszívó anyag is helyezhető. A vákuum vízsugárszivattyúval biztosítható. A szekrényben a melegítés és a vákuum, esetleg a nedvszívó anyag hatása együttesen érvényesül.

Vizelvonószerrel való szárításhoz *exszikkátort* használunk. Az exszikkátor vastag falú, jól záró csiszolatos fedővel ellátott, lapos fenekű üvegedény. Az alsó, felfelé szűkülő része a szárítóanyag, a vizelvonószer elhelyezésére szolgál. Középen helyezkedik el egy perforált porcelán lap, amelyre a szárítandó anyagot tartalmazó edényt helyezzük. A szárítandó anyagot nagy felületre kiterítve kristályosítócsészébe, porcelán tálba vagy óraüvegre rakjuk. A csiszolatot a tökéletes zárás érdekében csapzsírral (szilikonzsírral) kell bekenni. Szárítóanyagként különböző anyagok kerülhetnek felhasználásra. Ezek nedvszívó tulajdonságú savak, bázisok és anhidridjeik, valamint kristályvízmentes sók, illetve a vízzel kémiai reakcióba lépő anyagok. A legelterjedtebb szárítóanyagokat a VII. táblázatban foglaltuk össze.

VII. táblázat
Legelterjedtebb szárítóanyagok

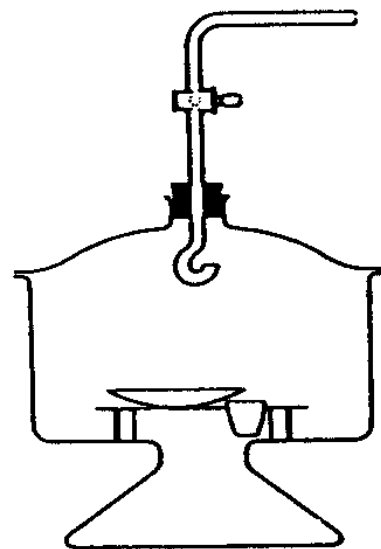
Savak	Bázisok	Sók	Egyéb anyagok
cc H ₂ SO ₄ cc H ₃ PO ₄ P ₄ O ₁₀ Szilikagél	NaOH KOH CaO	CaCl ₂ Na ₂ SO ₄ CuSO ₄ ZnCl ₂ K ₂ CO ₃ CH ₃ COONa Mg(ClO ₄) ₂ CaSO ₄ · 1/2H ₂ O	Li, Na, K Mg, Ca Alkáli-hidridek CaH ₂ CaC ₂

A szárítóanyagok működése lehet reverzibilis vagy irreverzibilis. A reverzibilisen ható szárítószereket alkalmazás előtt célszerű frissen vízteleníteni. A szárítóanyag kiválasztásánál arra is kell figyelni, hogy ne történjen kémiai reakció a szárítandó anyag és a szárítószert között. Így pl. savas anyagok nem száríthatók bázisos szárítóanyagokkal. Leggyakrabban darabos, vízmentes *calcium-kloriddal*

töltjük fel az exszikkátort. Használat előtt a lyukacsos szemcsés formájú vízmentes CaCl_2 -ot vastégelyben vagy porcelán tálban célszerű kiizzítani kb. $110\text{ }^\circ\text{C}$ -on kevergetés közben. A CaCl_2 addig fejt ki szárító hatást, amíg a szemcsék felülete el nem folyósodik. A *foszfor(V)-oxid* laza por alakjában kerül forgalomba, vatta vagy üveggyapot felületére kiterítve alkalmazzák. Igen erős, de a felületén képződő metafoszforsav réteg miatt lassan ható vízelvonószer. Inkább gázok szárítására használják. A *szilikagélt* kovasavgélből állítják elő óvatos víztelenítéssel. Csaknem tiszta SiO_2 -ból álló, szemcsés, igen nagy felületű, porózus anyag. A vizet reverzibilisen veszi fel, $100\text{-}200\text{ }^\circ\text{C}$ -on károsodás nélkül vízteleníthető és ismét használható. Gyakran kobalt(II)-klorid-oldattal átítatva használják. Vízmentes állapotban kék, a nedvességtől rózsaszínű lesz, ilyenkor a szilikagél már nem szárít. Ha a kimerült szilikagélt porcelán tálban $100\text{-}200\text{ }^\circ\text{C}$ -on melegítjük, vizet veszít, újra megkékül és ismét használható lesz. A *calcium-szulfát* csak hemihidrát alakjában alkalmas vízelvonásra, a teljesen vízmentes CaSO_4 már nem tud több vizet felvenni. A *réz-szulfát* használata azért előnyös, mert a víztelenített só fehér színű, míg a kristályvizet tartalmazó $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kék színű. Az *alkálifémeket* kis nyomáson kipréselt fémdrót alakjában szerves oldószerek víztelenítésére használják.

Az exszikkátort elsősorban kristályvíztartalmú vegyületek szárítására használják. Exszikkátorban száríthatunk kristályvízmentes, de hevítésre érzékeny, bomlékony anyagokat is (pl. ortobórsavat). Ha erélyes körülményeket biztosítunk, kristályvíztartalmú anyagokat teljesen vízmentessé alakíthatunk exszikkátorban: pl. $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ -ból vízmentes oxálsav lesz.

A szárítás hatékonyabb lesz, ha *vákuumexszikkátorban* végezzük. A vákuumexszikkátor fedelének közepén nyílás van, amelybe jól záró dugóval vákuumcsapot tartalmazó üvegcső illeszkedik. A csap kinyitása után az exszikkátor vízsugárszivattyúval vákuumozható, majd a csap elzárható. A szárítás befejezése után először a csap óvatos megnyitásával engedünk levegőt az exszikkátorba és csak ezután vesszük le a tetőt. A csap exszikkátorba nyúló szárának vége azért van meggömböztetve, hogy a betóduló levegő a megszáradt anyagot szét ne fújja. (13. ábra).



13. ábra
Vákuumexszikkátor

3.6. Kristályosítás

Kristályosításnak nevezzük azt a folyamatot, amelynek során valamely oldat megfelelő betöményítése után a benne oldott szilárd anyagot kristályos állapotban kinyerjük. A kristályosítás célja lehet valamilyen anyag előállítása vagy tisztítása. A tisztítás céljából végzett kristályosítást *átkristályosításnak* nevezzük. Ha többféle szilárd anyag oldásával készítünk oldatot, abból frakcionált kristályosítással nyerhetők ki az anyagok. Előfordul, hogy a kristályosítás eredményeként a kiindulási szilárd anyagtól eltérő termékeket kapunk. Ilyen eset fordul elő a kettős sók (pl. timsók) előállításakor, vagy reciprok sópárokkal végzett műveletek során. A kristályosítás során szűréssel szabadulunk meg az adott oldószerben oldhatatlan szennyezésektől, az oldható szennyeződések részben az anyalúgban maradnak feloldva. *Anyalúgnak* azt az oldatot nevezzük, amelyből a kristály kivált. Kristályosítás céljára olyan oldószer a legalkalmasabb, amelyben az anyag oldhatósága jelentősen függ a hőmérséklettől és a kristályosítás hőmérsékletén — szobahőmérsékleten vagy annál alacsonyabb hőfokon — nem túl nagy. A továbbiakban csak vizes oldatból végzett kristályosítással foglalkozunk.

Egy oldatból kristálykiválás csak akkor indulhat meg, ha az oldat az adott hőmérsékleten túltelített. *Túltelített oldatot* többféleképpen készíthetünk:

- a) *Bepárlással.* A bepárlás során az oldószer egy részét elpárologtatjuk, ezáltal az eredetinel töményebb oldatot kapunk. Vizes oldatok esetén a bepárlást általában vízfürdön kristályosítócsészében végezzük, esetleg homokfürdön, porcelán tálban. Oldatok bepárlására alkalmazhatunk infravörös sugárzást kibocsátó lámpát is. Ha híg oldatból kívánunk túltelített oldatot készíteni, célszerű nyitott edényben, forralással bepárolni az oldatot. A forralást óvatosan, kis lánggal történő melegítéssel végezzük, hogy a folyadék fröcskölését, az anyagveszteséget elkerüljük. Ha bepárlás közben az oldat felszínén kristályhártya jelenik meg, vagy az oldat belsejében apró kristályok képződtek, akkor a bepárlást be kell fejeznünk, mert az oldat már elérte a kristályosításhoz szükséges koncentrációt.
- b) *Hűtéssel.* Túltelített oldatot hűtéssel is előállíthatunk. Ha egy adott hőmérsékleten az oldat koncentrációja a telített oldaténak felel meg, akkor alacsonyabb hőmérsékletre hűtve túltelített oldatot kapunk.
- c) *Oldószercserével.* Az anyagok adott hőmérsékleten különböző oldószerekben különböző mértékben oldódnak. Ha az anyagot jól oldó oldószert kicseréljük egy rosszabbul oldó oldószere, túltelített oldatot kapunk és az anyag kristályosodni kezd. Ha pl. vizes NaCl-oldathoz etil-alkoholt adunk, az oldhatóság jelentősen csökken és a víz—etil-alkohol rendszerben a nátrium-klorid sokkal rosszabbul fog oldódni és elindul a kristálykiválás.

Túltelített oldatból a kristálykiválás megindulását keveréssel, az edény falának üvegbottal történő dörzsölésével, vagy az oldott anyag apró kristályaival végzett beoltásával segíthetjük elő. A kristályosodás során a *kristálygócképződés* és a *kristálynövekedés* sebességének viszonya határozza meg a kivált kristályszemcsék nagyságát. Általában lassú kristályosodás (bepárlás, lehűtés) során nagy kristályok képződnek, gyors bepárlás és lehűtés sok apró kristály keletkezéséhez vezet. A vizes oldatokból kikristályosuló anyagok gyakran vízmolekulákkal együtt kristályosodnak, ilyenkor *kristályhidrátok*, kristályvizet tartalmazó vegyületek keletkeznek, pl. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Ha az oldatunk két vagy több oldott anyagot tartalmaz, akkor ezek elválasztása és kristályosítása frakcionált kristályosítással végezhető. Ennek alapja az egyes anyagok eltérő oldhatósága. Adott hőmérsékleten mindig a jelenlévő anyagok közül a legrosszabbul oldódó vegyület fog kiválni az oldatból. Ez az alapja a *reciprok sópárok*on alapuló kristályosításnak.

3.6.1. Szennyezett anyag tisztítása átkristályosítással

A tisztítandó anyagból oldatot készítünk. Kiszámítjuk, hogy a kapott szennyezett anyaghoz (rendszerint 15 g) hány gramm oldószer szükséges, hogy 60 °C-on telített oldatot nyerjünk. Célszerű legalább kétszer annyi oldószert venni, mint amennyi a 60 °C-on telített oldat készítéséhez szükséges, hogy az oldat szűrését kristálykiválás nélkül elvégezhessük. Az oldatot felforraljuk és az oldhatatlan szennyezéstől redős szűrőn forrón megsűrjük. Azért kell forró oldatot szűrni, mert ha a hőmérséklet szűrés közben 60 °C alá hülne, akkor a kristálykiválás már a tölcsér szárában is elkezdődne. Az oldatot kristályosítócsészébe szűrjük. Ha az oldat olyan szennyezéseket tartalmaz, amely egyszerű szűréssel nem távolítható el (pl. színező anyagokat), akkor kevés aktív szén adunk az oldathoz, felforraljuk, néhány óra hosszat állni hagyjuk, majd leszűrjük az oldatot. Az így nyert tiszta átlátszó oldatot vízfürdőn addig pároljuk, amíg az oldat felületén kristályhártya nem jelenik meg. Ekkor a kristályosítócsészét levesszük a vízfürdőről és az oldatot állni hagyjuk. Lehűlés után a kivált kristályokat szívópalack és *Büchner*-tölcsér segítségével leszűrjük, a szűrletet (anyalúg) ismét vízfürdőn bepároljuk. Az anyalúgból nyert kristályok már bizonyos mértékig szennyezettek lehetnek, ezért nem minden esetben egyesíthetjük a folyamat elején nyert kristályokkal. A kapott kristályos anyagot különböző módon száríthatjuk meg. Ha az anyag kristályvizet tartalmaz, vagy bomlékony, akkor *szűrőpapír között levegőn, levegőátaszívatóval Büchner*-tölcséren, vagy megfelelő szárítószert (pl. CaCl_2 -ot) tartalmazó *exsikkátorban* száríthatjuk meg. Vízmentes anyagok szárítása *szárítószekrényben* történhet.

Készítsünk oldhatósági diagramot milliméterpapíron (oldhatóság/hőmérséklet) az adott anyagra és ragasszuk a füzetünkbe. Használjuk a Függelék oldhatósági táblázatát (F.II.táblázat). *Számítsuk ki az átkristályosítás hatásfokát !*

3.7. Desztillálás

Desztilláció alatt azt a folyamatot értjük, amelynek során a folyadékot először elpárologtatjuk, majd utána lehűtve ismét cseppfolyósítjuk. A gőzök kondenzálása, cseppfolyósítása után nyert terméket *desztillátumnak* vagy *párlatnak* nevezzük. A folyadékoknak általában már szobahőmérsékleten is mérhető nagyságú gőznyomásuk

(tenziójuk) van és ennek következtében kisebb-nagyobb mértékben párolognak. A hőmérséklet növelésével a tenzió is nő, majd eléri a külső nyomás értékét és a folyadék forrni kezd. Forráskor a párolgás nemcsak a folyadék felületén megy végbe, hanem annak belsejében is, gőzbuborékok képződése közben. Ha a külső nyomás értéke a folyadék forrása esetén $101,325 \text{ kPa}$, akkor azt a hőmérsékletet, ahol a forrás bekövetkezett, *forráspontnak*, más nyomás esetén *forráshőmérsékletnek* nevezzük. Ha kémiailag tiszta folyadékot melegítünk, a folyadék hőmérséklete addig emelkedik, amíg a külső nyomáshoz tartozó forráshőmérsékletet el nem éri, ezután a folyadék hőmérséklete állandó marad mindaddig, amíg a folyadék forrásban van. Ha egymástól eltérő forráshőmérsékletű, kétkomponensű folyadékot melegítünk, akkor az eltávozó gőzök az alacsonyabb forráspontú komponensből mindig többet fognak tartalmazni, mint a visszamaradó elegy. Mivel az elegy összetétele így folyamatosan változik és egyre nagyobb lesz a magasabb forráshőmérsékletű komponens aránya, ez állandóan növekedő forráshőmérsékletet eredményez mindaddig, míg az alacsonyabb forráshőmérsékletű komponens gőzalakban el nem távozik. A visszamaradt, tiszta, nagyobb forráshőmérsékletű komponens ezután állandó hőmérsékleten fog forrni. Ezzel a módszerrel eltérő forráshőmérsékletű folyadékok egymástól jól elválaszthatók (frakcionált desztilláció). Ismeretlen összetételű elegy esetén fel kell vennünk a desztillációs görbét, amit úgy veszünk fel, hogy feljegyezzük a kondenzátum első cseppje megjelenéséhez tartozó hőmérsékletet, majd minden 5 cm^3 desztillátum felfogásakor is és a nyert adatokból felrajzoljuk a desztillációs görbét. Egyszer végrehajtott desztillálással a desztillálható folyadék csak olyan anyagtól választható el, amelynek tenziója a folyadék tenziójához képest elhanyagolhatóan kicsi. Így lehet az oldott anyagot az oldószertől, vagy az oldószert az oldott anyagtól elválasztani (desztillált víz készítése).

A kétkomponensű folyadékelegyek desztillációjakor lejátszódó jelenségek a *fázisdiagramok* alapján magyarázhatók. A fázisdiagramok az összetétel függvényében ábrázolják állandó nyomáson a *forráspontgörbét* (likvidusz-görbét) és a *harmatpontgörbét* (vapor-görbét). Ugyancsak a fázisdiagramokból állapítható meg, hogy egyes folyadékelegyek alkotnak-e egymással maximális vagy minimális forráspontú *azeotróp* elegyeket. Ezekről részletesebben lásd az elméleti "Általános és szervetlen kémia I." című jegyzetet.

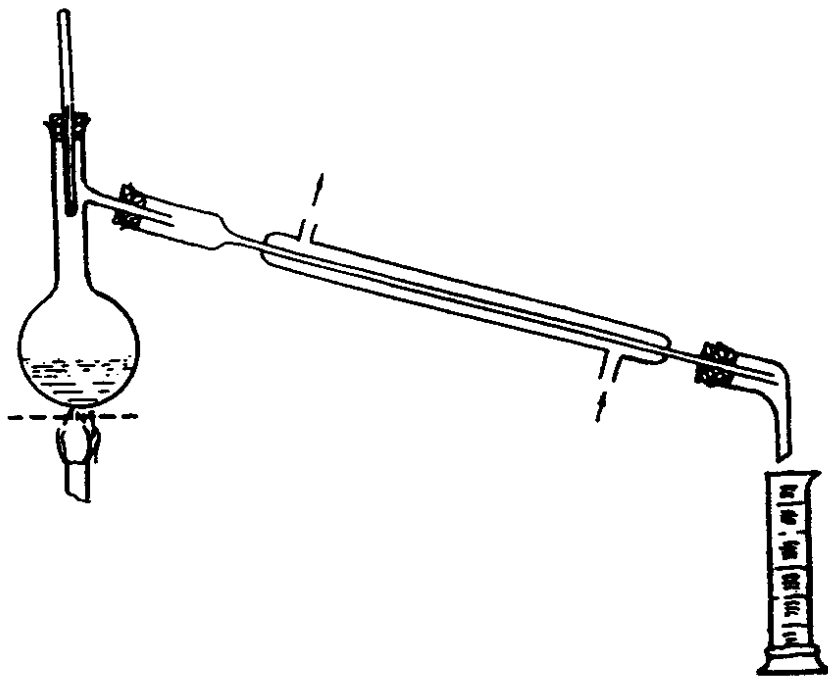
Két- vagy többkomponensű folyadékelegyek szétválasztását egyszerű és egyszer végrehajtott desztillálással nem tudjuk teljes mértékben elvégezni. A szétválasztás hatékonysága *frakcionált desztillációval* fokozható, amelynek során a

desztillátumot több részben fogjuk fel (előpárlat, főpárlat, utópárlat). Ugyancsak jelentősen fokozható a szétválasztás, ha a desztilláló lombik és a hűtő közé *rektifikáló feltétet, oszlopot, kolonnát* iktatunk. A rektifikáló oszlopon a felfelé szálló gőz egy része kondenzál, a kondenzátumban több lesz a kevésbé illékony, magasabb forráspontú komponens, mint a továbbjutó gőzben. Az oszlop szétválasztó képessége annál jobb, minél nagyobb felületen, minél hosszabb úton érintkezik a gőz a visszafolyó kondenzátummal. A leggyakoribb laboratóriumi feltét az ún. *Raschig-gyűrűvel* töltött üvegcső. A *Raschig-gyűrűk* nagy felületű üvegcső darabok, amelyeknek átmérője és magassága megegyezik (kb. 5 mm).

A csökkentett nyomáson végrehajtott desztillációt *vákuumdesztillációnak* nevezzük. A vákuumdesztilláció előnye, hogy a forráshőmérséklet az *alacsonyabb* külső nyomás következtében alacsonyabb, így a hőérzékeny, bomlékony anyagok *nem* károsodnak. További előny, hogy a csökkentett nyomás a komponensek forráshőmérsékletének különbségét általában megnöveli.

3.7.1. Szennyezett folyadék tisztítása desztillációval

Az elvégzendő feladat egy szennyezett, színes folyadék megtisztítása a szennyező anyagtól desztilláció segítségével, továbbá a desztillációs görbe felvétele. A desztillációt a 15. ábrán látható készülékben végezzük.



15. ábra
Desztilláló készülék

A készülék egy frakcionáló lombikból, a lombik elvezetőcsővéhez csatlakozó *Hoffmann*-hűtőből, ehhez csatlakozó gólyaorrból és szedőként egy mérőhengerből áll. A desztillálendő folyadékelegy vízzel nem elegyedik, ezért a mérőhengert, a hűtőt, a lombikot és a gólyaorrot rendkívül alaposan ki kell szárítani, ellenkező esetben a desztillátum zavaros lesz. Ha a zavarosodás csak kismértékű, a desztillátumot néhány vízmentes kalcium-klorid darabkával megszáráthatjuk. A desztillálendő folyadékot tölcsér segítségével töltjük a frakcionáló lombikba, nehogy szennyezett folyadék jusson a lombik oldalcsővébe, mert akkor szennyező anyag kerülhet a hűtőbe és így a desztillátumba. A tisztítandó folyadékot tartalmazó lombikba dobunk néhány darab horzsakövet (forráskönnyítő anyag, hő hatására kis légbuborékok távoznak belőle, amelyek a forrást könnyítik, egyenletessé teszik). A lombikba átfűrt dugón keresztül helyezünk hőmérőt úgy, hogy a hőmérő "higanyzsákja" az oldalcsővel (frakcionáló cső) egy magasságban legyen. A *Hoffmann*-hűtőben megindítjuk a hűtővíz áramlását (ellenáram), majd a lombikot azbeszt dróthálóra helyezett vízfürdőbe téve gázláng segítségével közvetetten melegíteni kezdjük. Ügyeljünk arra, hogy a vízfürdőt ne hevítsük túl, mert akkor a desztilláció sebessége is nagy lesz. (A melegítés akkor a legjobb, ha a hűtő végén lecsepegő desztillátum cseppjeit még éppen számolni tudjuk.) Olvassuk le azt a hőmérsékletet, amikor a desztillálás megindul (az első csepp megjelenése), majd jegyezzük fel a hőmérsékletet minden 5 cm^3 felfogása után. A kapott adatokból milliméterpapíron ábrázoljuk a desztillációs görbét és ragasszuk a füzetbe. A függőleges tengely a forráshőmérsékletet tartalmazza $^{\circ}\text{C}$ -ban, a vízszintes tengelyen a desztillátum térfogatát tüntessük fel cm^3 -ben.