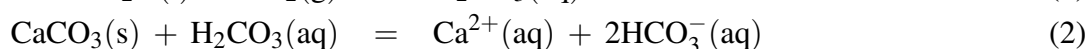
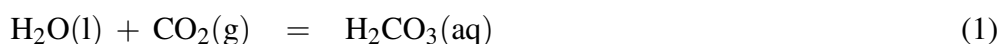


KEVERÉKEK SZÉTVÁLASZTÁSA OLDÁSSAL ÉS SZŰRÉSSEL (1)

Bevezetés

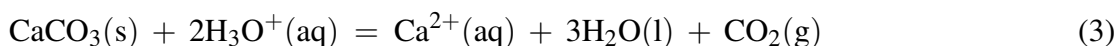
Egy szilárd anyagokból álló keveréket két okból választhatunk szét. Az egyik ok, hogy az egyes anyagokat a szétválasztás után tisztán megkapjuk és azokat tovább vizsgáljuk vagy felhasználjuk. A másik lehetséges ok, hogy a keverék egyes alkotóinak mennyiségét a lehető legpontosabban meghatározzuk. A gyakorlat során ez utóbbi lesz a feladatunk. A keverékben három anyag, kősó, kémiai nevén nátrium-klorid (NaCl), mészkő, kémiai nevén kalcium-karbonát (CaCO₃), és kvarchomok, kémiai nevén szilícium-dioxid (SiO₂) található. Ezek mennyisége mintánként változó. A három anyag közül kettő, a mészkő és a kvarchomok, vízben oldhatatlan, míg a kősó jól oldódik. A két vízben oldhatatlan anyag közül azonban csak a kvarchomok az, amelyik kémiai-lag is nagyon ellenálló, szobahőmérsékleten legfeljebb hidrogén-fluoriddal reagál el. A mészkő ezzel szemben még viszonylag gyenge savak hatására is elbomlik, sőt a saját anionjának megfelelő sav, a szénsav hatására is, amely a levegőből beoldódott szén-dioxidból jön létre, oldhatóvá válik a következő reakcióegyenletek szerint:



A fenti folyamatok visszafordíthatók, és a cseppkőképződés kémiai alapját adják.

A gyakorlat során azonban a fenti reakciót el kell kerülnünk, mert ha oldott szén-dioxid van a mosásra használt vízben, akkor az folyamatosan csökkenti a szilárd maradékban a mészkő mennyiségét, és a kioldott kősó mennyiségét hibásan nagyobbak mérjük. Ez az oka, hogy a gyakorlat során akkor, amikor a kősót kívánjuk kioldani, mindig forrásban lévő vizet kell használnunk. A desztillált vízből a szén-dioxid forralással előzhető. Gondolhatnánk azt is, hogy a forró víz gyorsítja a kősó oldódását is, de ez jelen esetben nem igaz, mivel az adott mennyiségű vízben maximálisan feloldható kősó mennyisége alig változik a hőmérséklet emelésével, így a folyamat hajtóereje és emiatt a sebessége sem változik lényegesen.

Azt, hogy a mészkő érzékeny a savakra azonban felhasználhatjuk arra, hogy meghatározzuk a keverékünkben a kémiai-lag ellenálló kvarchomok mennyiségét, ugyanis híg ásványi savban oldva a keverékünk egy másik részletét – a kősó mellett – az alábbi reakció szerint a mészkő is feloldódik:



Az ilyen, kémiai módon történő oldhatóvá tételt feltárásnak nevezzük.

Ha egy három anyagból álló keverékben két anyag mennyiségét ismerjük, akkor a harmadik már kiszámítható.

Szükséges eszközök

100 cm³-es főzőpohár

250 cm³-es főzőpohár (2db)

üvegtölcsér (2db)

üvegbot (2db)

250 cm³-es bőnyakú Erlenmeyer-lombik (2db)

spriccflaska

szűrőpapír (2db)

olló

porcelántál (2db)

óraüveg

vasháromláb

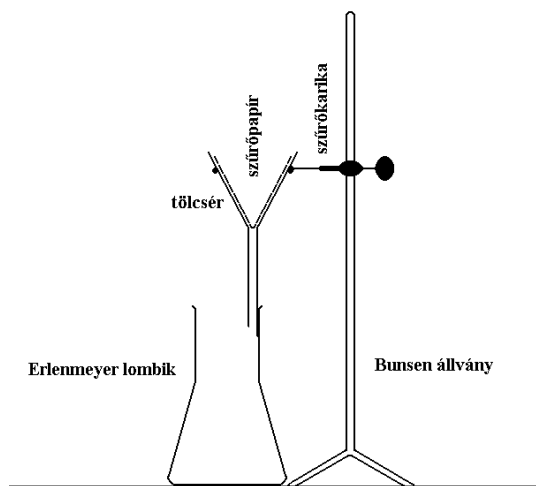
kerámiaháló

Bunsen-állvány

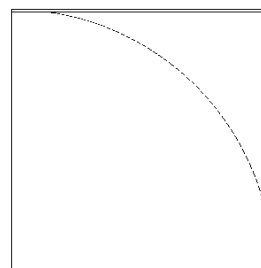
szűrőkarika (2db)

A gyakorlat kivitelezése

Első lépésként a szélesebb, tisztára mosott, desztillált vízzel előblített 250 cm³ térfogatú főzőpohárban, azt kb. 1/3-áig töltve, a vasháromláb és a kerámiaháló segítségével desztillált vizet kezdünk melegíteni. Amíg a víz felforr, előkészíthetjük a mérésünket. Attól függően, hogy a mérlegeknél mekkora a várakozók száma, következő lépésként összeszerelhetjük a szűrőberendezésünket, vagy a számunkra kijelölt ismeretlen keverékből kimérhetjük a kétféle méréshez szükséges mennyiségeket és az egyik mintával elvégezhetjük a híg sósavas feltárást.



1. ábra. A szűrőberendezés vázlata.



2. ábra. A szűrőpapír kivágása.

A szűrőberendezés összeállítása

Két teljesen egyforma berendezést kell összeállítanunk a kétféle módon kezelt mintáink szűréséhez. A tölcseinket a szűrőkarikák segítségével olyan magasban rögzítjük a Bunsen-állványon, hogy a tölcsek szárának a vége éppen érintse az Erlenmeyer-lombikok szájának függőleges részét, belülről (lásd az 1. ábrát).

Ez utóbbi szolgál majd a szűrőről lefolyó folyadék, a szűrlet felfogására. A szűréshez mindkét esetben sima szűrőt használunk, amit a kapott szűrőpapír négyzetekből úgy készítünk el, hogy azt négyrészt hajtjuk és a behajtott csúcsával, belülről a tölcserünkhöz mérjük. A tölcser szélénél kb. fél centiméterrel a körünkkel megjelöljük és a felesleges részt egy negyed körív mentén levágjuk (lásd 2. ábrát). Az így kapott kúpos szűrő tömegét megmérjük (III. vagy IV.) majd a szűrőt a tölcserbe helyezük, és a spricflaskából kevés desztillált vízzel megnedvesítjük. Ennek két előnye is van: A nedves szűrőpapír jól hozzátapad a tölcser falához és nem fogjuk mellőnteni az anyagunkat, valamint a nehezen hozzáférhető pórusok desztillált vízzel telítődnek, így a szűrés során felöntött, kloridionokkal szennyezett mosófolyadék nem hatol beléjük és gyorsabban érik el, hogy a szűrlet mentes legyen a kloridionoktól.

A minták előkészítése

Ha a gyakorlatvezető mondja, akkor alaposan mossuk ki és desztillált vízzel legalább háromszor öblítsük ki a 100 cm³ és a keskenyebb 250 cm³ térfogatú főzőpoharat, majd néhány percre helyezzük a szárítószekrénybe, hogy megszáradjanak. Közben a számunkra kijelölt ismeretlen összetételű keveréket osszuk két, kb. egyforma részletre. Megszáradás és kihűlés után a táramérlegesen mérjük meg a 100 cm³ térfogatú főzőpohárba helyezett keverék tömegét (I.) és jegyezzük fel a jegyzőkönyvünkbe. Hasonlóan készítünk elő a meleg vizes oldáshoz is a mintánkat: táramérlegesen mérjük meg a 250 cm³ térfogatú főzőpohárba helyezett keverék tömegét (II.).

A 100 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő mintánkat tárjuk fel az elszívófülke alatt, az ott található híg sósav segítségével úgy, hogy a sósavat kis mennyiségekben üvegbot mellett öntsük a keverékre (lásd a 3.

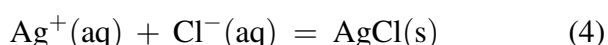
ábrát). Vigyázzunk arra, hogy a reakció heves pezsgéssel jár, így kis mennyiséggel indítsunk, és az üvegbottal alaposan keverjük meg minden egyes részlet hozzáadása után. A reakció akkor fejeződött be, ha az oldat feltisztult és újabb sósavrézlet hozzáadásakor már nem tapasztalunk pezsgést.

Az előkészített minták mosása és szűrése

A 250 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő mintarészletből fogjuk a kősót forró víz segítségével kioldani, míg a 100 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő feltárt mintából a kősó mellett a feloldott mészkövet hideg desztillált víz segítségével fogjuk kimosni.

Mindkét esetben az ún. dekantálva mosást kell alkalmazni, hogy a lehető leggyorsabban végezhessük el a feladatot. A dekantálva mosás lényege, hogy a szilárd maradékot csak a mosás utolsó lépéseként, akkor visszük fel a szűrőpapírra, amikor azt már tisztára mostuk. Addig az oldószer kis részletének hozzáadása után, a keveréket alaposan felkeverjük, majd ülepedni hagyjuk. Az ülepedés után csak a szilárd anyag feletti tiszta oldatot öntjük fel a szűrőre. Ugyanúgy mint a feltárásnál, használjuk a folyadék vezetésehez az üvegbotunkat, hogy ne fröccsenjen ki az oldat. Ezt addig ismételjük, míg a tölcser alján lecsepegő szűrlet tiszta nem lesz. Ez azért előnyös, mert a főzőpohárban a friss oldószer hozzáadása után megkeverve a rendszert, a szilárd részecskék közti térből is hatékonyan tudjuk eltávolítani az szennyeződések. Ha rögtön felvisszük a szilárd anyagot a szűrőpapírra, akkor ez a keverés hiányában nagyon lassú, időigényes folyamat lesz.

Mindkét mintánknál az a cél, hogy a keveréket megszabadítsuk a kloridionoktól. Ezt úgy tudjuk ellenőrizni, hogy a tölcser aljánál lecsöpögő szűrletből a tisztára mosott és desztillált vízzel előblített óraüveg segítségével pár csepp mintát veszünk (lásd a 4. ábrát), amihez egy-két csepp ezüst-nitrát-oldatot adunk. Ha az oldat jelentős mennyiségű kloridot tartalmaz, akkor fehér csapadék képződik a következő egyenlet szerint:

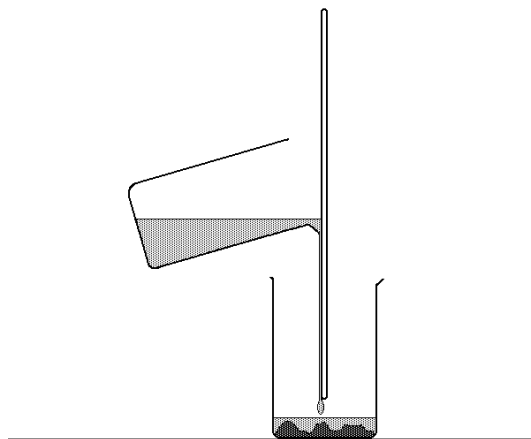


Ha az opálosodás elmarad a szűrlet kloridmentesnek tekinthető.

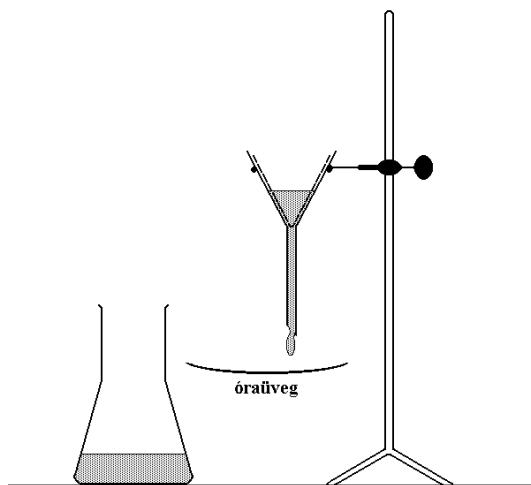
A két mintánkat párhuzamosan mossuk, hogy időt takarítsunk meg. Ügyeljünk arra, hogy az üvegbotokat sose tegyük le az asztalra, mert azzal anyagot veszítünk és a mérésünk pontatlan lesz. Vigyázzunk arra is, hogy ne cseréljük össze se a botokat, se a tölcseréket! A tölcser vége mindig érintse az Erlenmeyer-lombik szájának belső falát, mert az így kialakuló folyadékoszlop súlya szívóhatást fejt ki, ami gyorsítja a szűrést.

A feltárt oldatot először alaposan hígítsuk fel desztillált vízzel, mossuk körbe a főzőpohár falát is! Mivel a feltárt minta sokkal gyorsabban ülepszik, ezzel ütemesebben haladhatunk. A negyedik mosás után érdemes először ellenőrizni a szűrletet. A mosás akkor hatékonyabb, ha kisebb oldószerrészlettel többször mosunk. Igyekezzünk a lehető legtöbb felülúszó folyadékot leönteni, ez is növeli a mosás hatékonyságát!

A kősó forró vízzel való kioldása sokkal lassabb folyamat, mivel a mészkő sokkal lassabban ülepszik. A felülúszó felöntése a szűrőre is sokkal nagyobb figyelmet és türelmet igényel. A hatodik-nyolcadik mosási ciklus után érdemes a szűrletet ellenőrizni. Az ülepedés ideje alatt ne felejtjük a forni feltett desztillált vizet pótolni, de vigyázzunk arra, hogy a hideg víz forró üvegbe történő öntése az üveg törését eredményezheti. A



3. ábra. A feltárás.



4. ábra. Mintavétel a szűrletből.

forró poharat a törlőrongyunkkal foghatjuk meg. A szűrletet időnként ürítsük ki az Erlenmeyer-lombikokból a lefolyóba, mert nincs szükségünk rá.

Ha azt tapasztaljuk, hogy valamelyik mintánk szűrletében már nincs kloridion, akkor a következő oldó-szeradagokkal a szilárd maradékot is felvihetjük a szűrőpapírra. Használjuk az üvegbotot a szilárd anyag átviteléhez. Az átvitelt addig kell ismételni, amíg a szilárd anyag maradéktalanul a tölcserre nem kerül, azaz a feltárt mintánál az üvegbot már nem csikordul meg az üveg falán, illetve a forró vizes mosás esetén a falra tapadt mészkődarabkákat is ledörzsöltük az üvegbot hegyével.

A tisztára mosott minták szárítása

A szűrőpapírra teljes mennyiségében felvitt mintákról várjuk meg, hogy a víz lecsepegjen, majd a szűrőpapírt óvatosan emeljük ki a tölcserből és terítsük szét a már megjelölt porcelántálon, és helyezzük el a szárítószekrényben. A feltárt mintának legalább fél, a forró vízzel mosott mintának legalább háromnegyed-egy óra kell, hogy megszáradjon. Mindkét mintát tömegállandóságig kell szárítani, ami azt jelenti, hogy a megfelelő szárítási idő után, a mintát a szárítószekrényből kivéve megvárjuk míg kihűl, majd a táramérlegen megmérjük és feljegyezzük a tömegét (a sósavas feltárás esetén a szűrőpapír és a homok tömege **V.**, míg a forró vizes mosás esetén a szűrőpapír és a homok+mészkő tömege **VI.**). A mintát tegyük vissza újból 15–20 percre a szárítószekrénybe, majd kivéve, kihűtve mérjük meg újra. Ha a tömegcsökkenés nem több, mint 0,01–0,02 gramm, akkor a mintánk száraz. Várakozás közben két kapszulát készítünk A4-es papírból. Az egyes szűrőpapírokról a szilárd anyagot a feliratozott kapszulákba (vegyület/ek neve és tömege, készítő neve, dátum) helyezzük. Ha ezt mindkét mintánknál elvégeztük, akkor készen állunk a keverék összetételének a kiszámítására.

Mintaszámolás

A sósavas feltárás kiértékelése:

I.	A kiindulási keverék tömege:	$m_k = 5,83 \text{ g}$
III.	A kisebb szűrőpapír tömege:	$m_{sz} = 1,51 \text{ g}$
V.	A kisebb szűrőpapír+homok tömege:	$m_{sz,h} = 3,60 \text{ g}$
VII.	A homok tömege:	$m_{sz,h} - m_{sz} = 2,09 \text{ g}$
	A keverék homok tartalma:	$m_h/m_k \cdot 100 \% = 35,8\%$

A forró vizes oldás kiértékelése:

II.	A kiindulási keverék tömege:	$m_k = 5,13 \text{ g}$
IV.	A nagyobb szűrőpapír tömege:	$m_{sz} = 2,74 \text{ g}$
VI.	A nagyobb szűrőpapír+homok+mészkő tömege:	$m_{sz,h,m} = 5,89 \text{ g}$
VIII.	A homok+mészkő tömege:	$m_{h,m} = m_{sz,h,m} - m_{sz} = 3,15 \text{ g}$
IX.	A kioldott konyhasó tömege:	$m_s = m_k - m_{h,m} = 1,98 \text{ g}$
	A keverék konyhasó tartalma:	$m_s/m_k \cdot 100 \% = 38,6 \%$

A keverék mészkőtartalma a homok és kősó tartalom ismeretében számolható:
 $100 \% - 35,8 \% - 38,6 \% = 25,6 \%$