

SZENNYEZETT KALCIUM-KARBONÁT SZÁZALÉKOS ÖSSZETÉTELÉNEK MEGHATÁROZÁSA (4)

Bevezetés

A gyakorlat során kalcium-karbonátból és homokból álló keveréket sósavval reagáltatunk, melynek eredményeképpen a kalcium-karbonátból szén-dioxid fejlődik az alábbi egyenlet szerint:



A fejlődő szén-dioxid térfogatának, hőmérsékletének és nyomásának ismeretében a kalcium-karbonát anyagmennyisége és így tömegszázalékos összetétele kiszámítható. A térfogatméréshez gázbürettát használunk, amely a közlekedőedények elvén működő, nem túl nagy mennyiségű (10–100 cm³) gáz térfogatának meghatározására szolgáló eszköz. A gyakorlat során a gázbüretta alapja egy metilvörös indikátorral megszínezett híg sósavoldattal töltött büretta, melynek egyik végén a mérendő gázt vezetjük be, a másik vége pedig rugalmasan csatlakozik egy nívóedényhez. A híg sósav arra szolgál, hogy elkerüljük a szén-dioxid beoldódását a folyadékba. A nívóedény mozgatható, hogy a térfogatok leolvasásánál mindig egyazon magasságba hozhassuk a belső és a külső folyadékszintet, mert így a belső nyomás megegyezik a barométerrel mérhető külső légköri nyomással.

A higanyos barométerről leolvasott értéket (h) korrigálni kell, mivel a higany sűrűsége (ezáltal oszlopmagassága) és a skála hossza is változik a hőmérséklettel. A korrigált külső nyomás Hgmm-ben¹ adott hőmérsékleten a

$$p = h - \frac{t \text{ Hgmm}}{8 \text{ } ^\circ\text{C}}$$

képletből adódik, ahol t a hőmérséklet $^\circ\text{C}$ -ban kifejezve.

A szén-dioxid parciális nyomását (p_{CO_2}) megkapjuk, ha a gázbürettában levő gáz nyomásából kivonjuk a gázbürettában lévő sósavoldat $p' = p_{\text{H}_2\text{O}} + p_{\text{HCl}}$ tenzióját adott hőmérsékleten (lásd az 1. táblázatot), azaz $p_{\text{CO}_2} = p - p'$. (Ha szükséges alkalmazzunk lineáris interpolációt a tenzió pontos meghatározásához.)

1. táblázat. Különböző koncentrációjú sósavoldatok tenziója (a vízgőz és a sósav parciális nyomása, valamint a két parciális nyomás összege) különböző hőmérsékleteken (Lengyel Béla: Általános és szerves kémiai praktikum XIV. táblázata alapján).

w/%	$p_{15 \text{ } ^\circ\text{C}}/\text{Hgmm}$			$p_{20 \text{ } ^\circ\text{C}}/\text{Hgmm}$			$p_{25 \text{ } ^\circ\text{C}}/\text{Hgmm}$			$p_{30 \text{ } ^\circ\text{C}}/\text{Hgmm}$		
	$p_{\text{H}_2\text{O}}$	p_{HCl}	p'	$p_{\text{H}_2\text{O}}$	p_{HCl}	p'	$p_{\text{H}_2\text{O}}$	p_{HCl}	p'	$p_{\text{H}_2\text{O}}$	p_{HCl}	p'
6	12	0	12	16	0	16	22	0	22	29	0	29
10	11	0	11	15	0	15	20	0	20	27	0	27
20	8	0	8	10	0	10	14	0	14	19	1	20
30	4	8	12	5	11	16	8	15	23	10	21	31

Szükséges eszközök

50 cm³-es Erlenmeyer-lombik

bemérőedény

gázbüretta nívóedénnyel

tölcsér

gumicső

gumidugó

csipesz

Bunsen-állvány (2db)

hőmérő

spricflaska

kémcsőfogó dióval

szűrőkarika dióval

¹SI mértékegységre történő átszámítása: 1 Hgmm = 133,32 Pa.

A gyakorlat kivitelezése

A nívóedényt szűrőkarikába állítjuk, a bürettát és az Erlenmeyer-lombikot is rögzítjük. A mérés előtt ellenőrizzük a gázbüretta zártóságát: A reakcióedényt a nívóedény felső helyzetében rákötjük a gázbürettára, majd a nívóedényt lent rögzítjük. Ha a folyadékszint a gázbürettában számottevően nem változik 1–2 perc várakozás után, akkor jó az összeszerelés. Ha 0,1–0,2 cm³-nél nagyobb eltérést tapasztalunk, akkor ellenőrizni kell a csatlakozásokat. A bemérőedénybe – az ellenőrzés közben – bemérünk kb. 1,0 g keveréket (I.). A reakcióedénybe 15–20 cm³ térfogatú 20 tömegszázalékos sósavoldatot öntünk és a bemérőedénykét csipesszel óvatosan belehelyezzük a reakcióedény horpasztott pereme közelébe, vigyázva arra, hogy közben ki ne szóródjon a keverék.

A nívóedényt felemelve összeszereljük készülékünket, majd ellenőrizzük a készülék zártóságát az előbbi módszerrel. Ha nincs tömítési probléma, akkor leolvassuk az induló térfogatot (II.) úgy, hogy a folyadék szintje a bürettában és a nívóedényben egyforma magasságban legyen. A nívóedény leengedett állapotában a reakcióedényt megrázva a port a savba öntjük, folyamatosan rázogatójuk és a reakció befejeződése, általában 1–2 perc, után megismételjük a térfogat leolvasását. (A nívóedény és a büretta folyadékszintje ismét azonos magasságban legyen.) A térfogat leolvasása után néhányszor ismét megrázzuk a reakcióedényt, hogy az oldott CO₂ teljes mennyisége eltávozzon az oldatból. A térfogat leolvasását is mindaddig ismételjük, amíg térfogatváltozást tapasztalunk. Végső térfogatnak (III.) a legnagyobb térfogatértéket fogadjuk el.

A mérést még 2–3-szor megismételjük, de a bemérésnél figyelembe vesszük az első térfogatmérés eredményét és annyi anyagot mérünk be, hogy a következő kísérletekben a keletkező gáz térfogata (IV.) 35–40 cm³ legyen.

A mérés befejezése után feljegyezzük a barométerről leolvasott légköri nyomásértéket (V.) és a szobahőmérsékletet (VI.). Leírjuk a gázbürettában levő sósavoldat tömegszázalékos összetételét (VIII.).

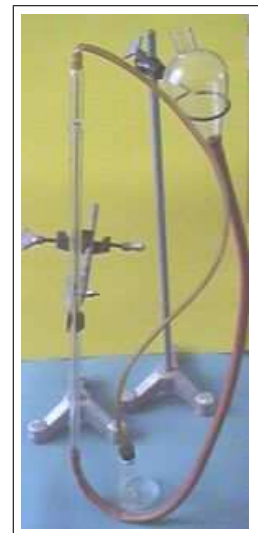
A lineáris interpoláció

A kísérleti munka során gyakran használunk olyan táblázatokat, amelyek egy rendszer valamilyen fizikai jellemzőjét, pl. tenzióját, sűrűségét tartalmazzák többféle hőmérsékleten. Az is gyakori, hogy olyan körülmények között lenne szükségünk a kérdéses adatra, amely nem szerepel a táblázatban. Ilyenkor is felhasználhatjuk a táblázat adatait, és az ismert adatokból az ismeretlenekre következtethetünk. A leggyorsabb és legegyszerűbb eljárás az úgynevezett **lineáris interpoláció**, ami azon a feltevésen alapul, hogy a táblázat két szomszédos pontja közötti tartományban lineáris kapcsolat van a két mennyiség között.

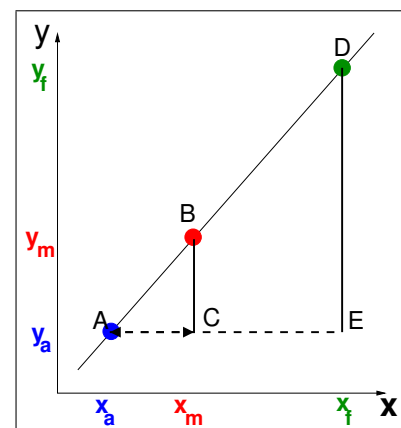
Ha adott x_m mennyiséghez tartozó y_m mennyiséget kívánjuk meghatározni, akkor kiválasztunk egy x_m -nél kisebb x_a és egy nála nagyobb x_f mennyiséget, melyeknél ismert y_a és y_f értéke. A kiválasztásnál a mért mennyiséghez lehető legközelebbi mennyiségeket keresünk, hogy minél jobban teljesüljön a feltevésünk. Az 1. ábra alapján láthatjuk, hogy a kisebb ABC és a nagyobb ADE háromszög hasonló egymáshoz, melynek alapján az egyes befogók aránya egymással megegyezik, azaz

$$\frac{y_m - y_a}{x_m - x_a} = \frac{y_f - y_a}{x_f - x_a},$$

melyet átrendezve kapjuk, hogy $y_m = y_a + (x_m - x_a) \frac{y_f - y_a}{x_f - x_a}$. A gyakorlat során y -nak a tenzió (p'), míg x -nek a hőmérséklet (t) felel meg.



1. ábra. A kísérleti elrendezés.



2. ábra. Lineáris interpoláció.

Mintaszámolás

- VI.** Szobahőmérséklet: $t = 24,3 \text{ }^\circ\text{C}$
- V.** Barométer állás: $h = 758,4 \text{ Hgmm}$
- VII.** Korrigált külső nyomás: $p = 758,4 \text{ Hgmm} - 24,3/8 \text{ Hgmm} = 755,4 \text{ Hgmm}$
- VIII.** Sósavoldat tömegszázalékos összetétele:
Sósavoldat (6 w%) tenziója $t = 24,3 \text{ }^\circ\text{C}$ -on
az 1. táblázatból lineáris interpolációval
a 20 és a 25 °C-on mért adatokból:
- $$p' = p'_{20} + \frac{t - 20^\circ\text{C}}{25^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}} \cdot (p'_{25} - p'_{20}) =$$
- $$\left[16 + \frac{24,3 - 20}{5} \cdot (22 - 16) \right] \text{ Hgmm} = 21,2 \text{ Hgmm}$$
- IX.** Szén-dioxid nyomása: $p_{\text{CO}_2} = p - p' = 734,2 \text{ Hgmm} = 97890 \text{ Pa}$
- I.** Keverék tömege: $m = 1,30 \text{ g}$
- II.** Kezdeti térfogat: $V_i = 0,6 \text{ cm}^3$
- III.** Végterefogat: $V_v = 34,7 \text{ cm}^3$
- IV.** Fejlődött gáz térfogata: $V = V_v - V_i = 34,1 \text{ cm}^3 = 34,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$
- Abszolút hőmérséklet: $T = (273,15 + 24,3) \text{ K} = 297,45 \text{ K}$
- X.** Szén-dioxid anyagmennyisége: $n_{\text{CO}_2} = \frac{p_{\text{CO}_2} V}{RT} = \frac{97890 \text{ Pa} \cdot 34,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3}{8,314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1} \cdot 297,45 \text{ K}} = 1,35 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$
- Kalcium-karbonát anyagmennyisége: $n_{\text{CaCO}_3} = n_{\text{CO}_2}$
- XI.** Kalcium-karbonát tömege: $m_{\text{CaCO}_3} = n_{\text{CaCO}_3} M_{\text{CaCO}_3} = 1,35 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 100,09 \text{ g/mol} = 0,135 \text{ g}$
- XII.** Keverék kalcium-karbonát tartalma: $m_{\text{CaCO}_3} / m \cdot 100\% = 0,135 / 1,30 \cdot 100\% = 10,4 \%$