

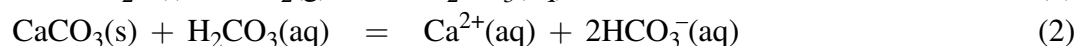
KEVERÉKEK SZÉTVÁLASZTÁSA OLDÁSSAL ÉS SZŰRÉSSSEL

Cél

Egy szilárd anyagokból álló keverék két okból választható szét. Az egyik ok, hogy az egyes anyagokat a szétválasztás után tisztán megkapjuk és azokat tovább vizsgáljuk vagy felhasználjuk. A másik ok, hogy a keverék egyes alkotóinak mennyiségét a lehető legpontosabban meghatározzuk. A gyakorlat során ez utóbbi a feladat: háromkomponensű keverék tömegszázalékos összetételének meghatározása. A keverékben kősó, (nátrium-klorid, NaCl), mészkő (kalcium-karbonát, CaCO₃), és kvarchomok (szilícium-dioxid, SiO₂) található. Az elválasztás alapja az oldhatóságbeli különbségük.

Elméleti háttér

A három anyag közül kettő, a mészkő és a kvarchomok, vízben oldhatatlan, míg a kősó jól oldódik. A két vízben oldhatatlan anyag közül a kvarchomok kémiaiilag is ellenálló, szobahőmérsékleten legfeljebb hidrogén-fluoriddal reagál el. A mészkő ezzel szemben még viszonylag gyenge savak hatására is elbomlik. Sőt, a levegőből vízbe oldódott szén-dioxidból létrejövő, a saját anionjának megfelelő szénsav hatására is 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 kerülni, mert a vízben oldott szén-dioxid folyamatosan csökkenti a szilárd maradékban a mészkő mennyiségét, és így a kioldott kősó mennyisége hibásan nagyobb lesz. A gyakorlat során a kősó kioldásakor, ezért mindig forrásban lévő vizet kell használni. A forró víz használata nem változtatja a kősó oldódását, mert a vízben maximálisan feloldható kősó mennyisége, oldhatósága, alig változik a hőmérséklet emelésével.

A gyakorlat során a keverék egy részét vízben oldjuk és a visszamaradt szilárd anyagot dekantálva mosással és szűréssel kinyerjük, majd szárítjuk. A szilárd anyag tömegcsökkenéséből az oldódott kősó mennyiségét meghatározzuk és a kezdeti minta tömegének ismeretében a kősó keverékbeli tömegszázalékos összetételét számítjuk.

Híg ásványi savban oldva a keverékünk egy másik részét – a kősó oldódása mellett – az alábbi reakció szerint a mészkő is feloldódik:



Az ilyen, kémiai módon történő oldhatóvá tételt feltárásnak nevezzük. A visszamaradt szilárd minta kizárólag a kvarchomok, melynek mennyiségét dekantálva mosás, szűrés és szárítás után megmérve a kvarchomok tömegszázalékos összetétele számítható.

Ha egy három anyagból álló keverékben két anyag összetételét ismerjük, akkor a harmadik már számítható.

Szükséges eszközök

100 cm³-es főzőpohár

250 cm³-es főzőpohár (2db)

üvegtölcsér (2db)

üvegbot (2db)

spriccflaska

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

szűrőpapír (2db)

olló

porcelántál (2db)

óraüveg

vasháromláb

kerámiaháló

Bunsen-állvány

szűrőkarika (2db)

A gyakorlat kivitelezése

Vízforralás

A szélesebb, tisztára mosott, desztillált vízzel előblített 250 cm³ térfogatú főzőpohárban, azt kb. 1/3-áig töltve, a vasháromláb és a kerámiaháló segítségével a desztillált vizet kezdje melegíteni. Amíg a víz felforr, készítse elő a mérést.

Figyelem! Ügyeljen arra, hogy mindig legyen víz a főzőpohárban, ha szükséges, adjon még hozzá. Sose öntsön hideg vizet a forró pohárra, mert az az üvegedény töréséhez és a forró víz kiömléséhez vezet!

Mintaelőkészítés sósavas feltáráshoz

1. Vegye fel a kijelölt ismeretlen összetételű keveréket. Ha a gyakorlatot egy hét alatt végzi el, akkor a keveréket ossza két, kb. egyforma részletre, egyébként az egész mintát használja.
2. Helyezze a tiszta és száraz 100 cm³ térfogatú főzőpoharat a táramérlegre és tárazza le.
3. Tegye a mintát a főzőpohárba, mérje meg a keverék tömegét, és jegyezze fel az eredménylapra (I.).

Mintaelőkészítés forró vizes oldáshoz

1. Vegye fel a kijelölt ismeretlen összetételű keveréket. Ha a gyakorlatot egy hét alatt végzi el, akkor a keveréket ossza két, kb. egyforma részletre, egyébként az egész mintát használja.
2. Helyezze a tiszta és száraz 250 cm³ térfogatú főzőpoharat a táramérlegre és tárazza le.
3. Tegye a mintát a főzőpohárba, mérje meg a keverék tömegét, és jegyezze fel az eredménylapra (II.).

A sósavas feltárás

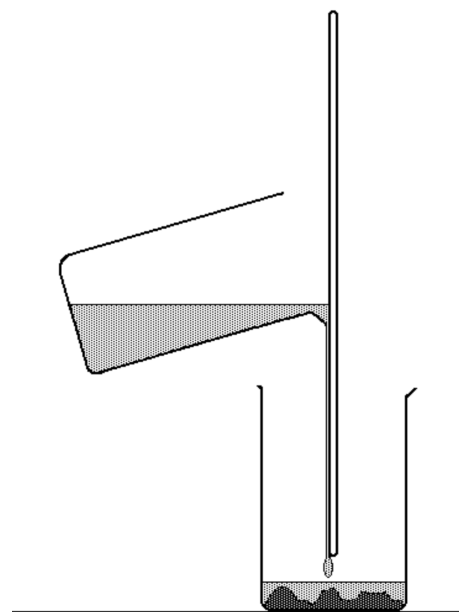
1. Vigye a 100 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő mintát az elszívófülkéhez, melynél a híg sósav van.
2. A sósavat kis mennyiségekben, lassan, egy üvegbot mellett öntse a keverékre (lásd az 1. ábrát), mert a reakció heves pezsgéssel (szén-dioxid képződése) jár. Az üvegbottal alaposan keverje meg az oldatot minden egyes részlet hozzáadása után. A feltárást fejezze be, ha az oldat feltisztult és újabb sósavrészlet hozzáadásakor már nem tapasztal pezsgést.

Figyelem! A sósav maró anyag, külön gondossággal járjon el a feltárás során.

A forró vizes oldás

1. Az ismeretlent tartalmazó 250 cm³ térfogatú főzőpoharat helyezze az asztalra.
2. Óvatosan és lassan, egy üvegbot mellett öntsön a keverékre 40-50 cm³ forró desztillált vizet (lásd az 1. ábrát) és jól keverje meg az üvegbottal. Várjon amíg a vízben oldhatatlan mészke leülepedik.

Figyelem! Ne érintse meg kézzel a forró üveget, használjon száraz ruhadarabot vagy papírt!



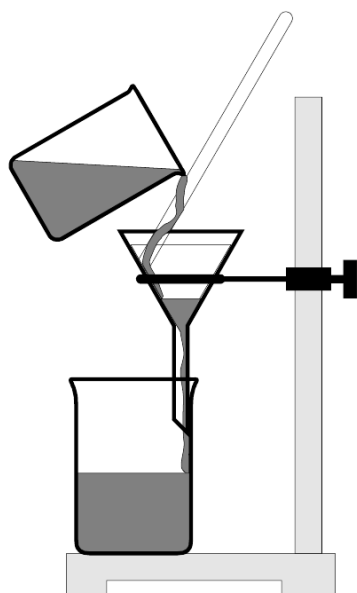
1. ábra. Dekantálás

A szűrőberendezés összeállítása

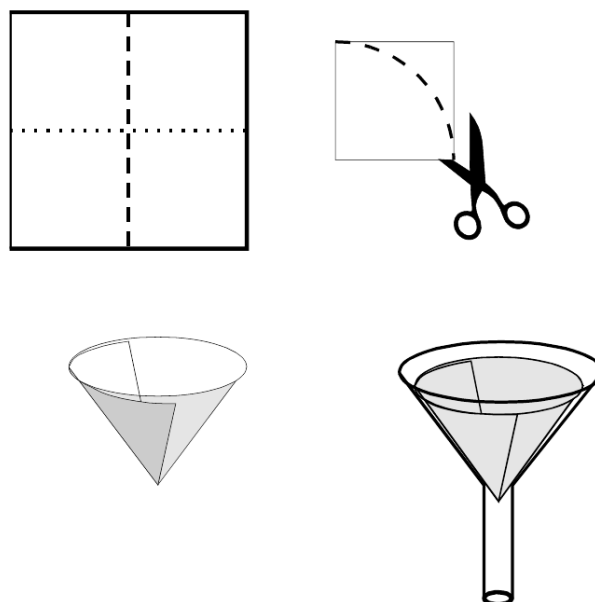
Két teljesen egyforma berendezést kell összeállítani a kétféle módon kezelt minták szűréséhez.

A szűrőberendezés

A tölcséreket a szűrőkarikák segítségével olyan magasban rögzítse a Bunsen-állványon, hogy a tölcsérek szárának a vége éppen érintse az Erlenmeyer-lombikok szájának függőleges részét, belülről (lásd a 2. ábrát). Ez utóbbi szolgál majd a szűrőről lefolyó folyadék, a szűrlet felfogására. A szűréshez mindkét esetben sima szűrőt használjon.



2. ábra. A szűrőberendezés vázlata



3. ábra. A szűrőpapír kivágása

A sima szűrő elkészítése

1. A kapott szűrőpapírt hajtsa négyrét és a behajtott csúcsával, belülről mérje a tölcsérhez. A tölcsér szélénél kb. fél centiméterrel a körmével jelölje meg a papírt és a felesleges részt egy negyed körív mentén vágja le (lásd a 3. ábrát).
2. A kapott kúpos szűrő tömegét mérje meg táramérlegesen és jegyezze le az eredménylapra (a sósavas feltáráshoz alkalmazott a **III.**, a forró vizes oldáshoz a **IV.**).
3. A hatékony szűréshez a szűrőt helyezze a tölcsérbe, és a spriccflaskából kevés desztillált vízzel nedvesítse meg. A nedves szűrőpapír jól hozzátapad a tölcsér falához és így nem keletkezik szűrési veszteség, valamint a nehezen hozzáférhető pórusok desztillált vízzel telítődnek, és így gyorsabban elérhető a kloridionmentes szűrlet.

Tipp: Vigyázzon, nehogy kiszakítsa a szűrőpapírt!

Az előkészített minták dekantálva mosása és szűrése

Amennyiben egy gyakorlat során végzi a sósavas feltárást és a forró vizes oldást, a két minta mosását és szűrését párhuzamosan végezze.

1. A 100 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő feltárt mintából a feloldott mészkő mellett a kőszót hideg desztillált víz segítségével fogja kimosni. Ehhez először 30-40 cm³ desztillált víz hozzáadásával hígítsa a pohárban levő sósavat és mossa körbe a főzőpohár belső falát. A 250 cm³ térfogatú főzőpohárban lévő mintarészletből a kőszót forró víz segítségével fogja kioldani, hogy a mészkő oldódását meggátolja.

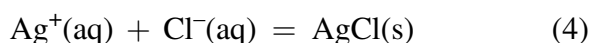
Mindkét esetben az ún. dekantálva mosást kell alkalmazni, hogy a lehető leggyorsabban végezhesse el a feladatot. A dekantálva mosás lényege, hogy a szilárd maradékot csak a mosás utolsó lépéseként, akkor viszi fel a szűrőpapírra, amikor azt már tisztára mosta. Addig az oldószer (a gyakorlat során víz) kis részletének hozzáadása után, a keveréket alaposan felkeveri, majd ülepedni hagyja. Az oldószer hozzáadása után megkeverve a rendszert, a meghatározni kívánt szilárd részecskék közti térből is hatékonyan lehet eltávolítani a nem kívánt részecskéket (a gyakorlat során a kősót, illetve a kősót és a sósavat).

Az ülepedés után csak a szilárd anyag feletti tiszta oldatot öntse fel a szűrőre az oldás során használt üvegbot segítségével. Ezt addig ismétlje, míg a tölcsér alján lecsepegő szűrlet kloridionmentes nem lesz (mindkét mintánál!).

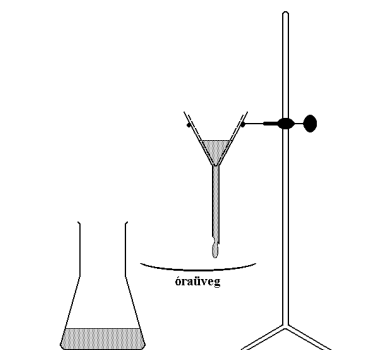
Tippek: A tölcsér vége mindig érintse az Erlenmeyer-lombik szájának belső falát, mert az így kialakuló folyadékoszlop súlya szívóhatást fejt ki, ami gyorsítja a szűrést. A mosás során ügyeljen arra is, hogy az üvegbotokat sose tegye le az asztalra, mert azzal anyagot veszít és így a mérése pontatlan lesz. Amennyiben a két mintát egyszerre mossa, vigyázzon, hogy ne cserélje össze se a botokat, se a tölcséreket!

Kloridionmentesség ellenőrzése

1. Vegyen pár csepp mintát a tölcsér aljánál lecsöpögő szűrletből és a tisztára mosott és desztillált vízzel előblített óráüvegre (lásd a 4. ábrát)
2. Adjon hozzá egy-két csepp ezüst-nitrát-oldatot. Ha az oldat jelentős mennyiségű kloridiont tartalmaz, akkor fehér csapadék képződik a következő egyenlet szerint:



Ha az opálosodás is elmarad a szűrlet kloridmentesnek tekinthető.



3. ábra. Mintavétel a szűrletből

A minták szűrése

1. A sósavas feltárásbeli mintánál a negyedik mosás után ellenőrizze először a szűrletet. A mosás hatékonyabb, ha kisebb oldószerrészlettel többször végzi a mosást. Igyekezzen a lehető legtöbb felülúszó folyadékot leönteni, mert ez is növeli a mosás hatékonyságát!

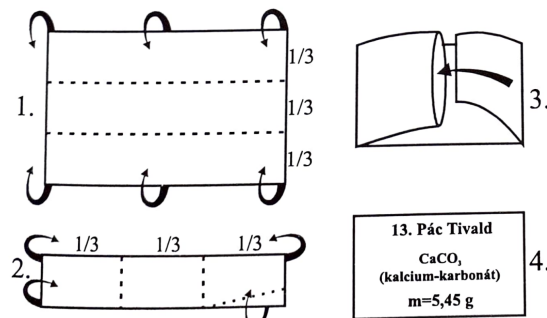
A forró vizes oldásbeli minták szűrletét a hatodik mosási ciklus után ellenőrizze, mert a vízben nem oldódó mészkő sokkal lassabban ülepszik. A felülúszó felöntése a szűrőre is sokkal nagyobb figyelmet és türelmet igényel. Az ülepedés ideje alatt ne felejtse el a forró víz pótlását. Az Erlenmeyer-lombikokból a szűrletet időnként ürítse a lefolyóba, mert nincs rá szükség.

2. Ha a kloridion teszt negatív, azaz a szűrlet kloridionmentes, az oldószerral vigyük fel az összes szilárd anyagot a szűrőpapírra az üvegbot segítségével. Addig ismétlje, amíg az összes szilárd anyag maradéktalanul a tölcsérré 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 ledörzsölte az üvegbot hegyével.

A tisztára mosott minták szárítása

1. A szűrőpapírra teljes mennyiségében felvitt mintákról várja meg, hogy a víz lecsepegjen, majd a szűrőpapírt óvatosan emelje ki a tölcsérből.
2. Terítse szét a szűrőpapírt a nevével megjelölt porcelántálon, és helyezze el a szárítószekrényben legalább fél órára (feltárt minta) vagy legalább háromnegyed-egy órára (forró vizes minta). Mindkét mintát tömegállandóságig szárítsa.

3. A mintát vegye ki a szárítószekrényből, várja meg míg szobahőmérsékletűre hűl. Táramérlegesen mérje meg és jegyezze fel a tömegét (a sósavas feltárás esetén a szűrőpapír és a homok tömege **V.**, míg a forró vizes mosás esetén a szűrőpapír és a homok+mészke tömege **VI.**).
4. A mintát tegye vissza újból 15-20 percre a szárítószekrénybe, majd kivéve, kihűtve mérje meg újra. Ha a tömegcsökkenés nem több, mint 0,01-0,02 gramm, akkor a minta száraz.
5. A mintaszámolás alapján határozza meg a kapott keverék tömegszázalékos összetételét és jegyezze fel az eredménylapon. Minden segédszámolást az eredménylapon rögzítsen.
6. A mintákhoz készítsen kapszulát A4-es papírból. A kapszulákat feliratozza az 5. ábra szerint (vegyület/ek neve és tömege, készítő neve, dátum) A szilárd anyagokat kapszulázza és adja be a kitöltött eredménylappal együtt.



4. ábra. A kapszula készítése és feliratozása

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+mészke tömege:	$m_{sz,h,m} = 5,89 \text{ g}$
VIII.	A homok+mészke 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 mészkő tartalma a homok és kőszó tartalom ismeretében számolható:

$$100 \% - 35,8 \% - 38,6 \% = 25,6 \%$$