

Gázvolumetriás mérés gyakorlat

Ismeretlen szilárd minta NaHCO_3 tartalmának meghatározása
a fejlődött CO_2 térfogata alapján

A gázvolumetria olyan mérési módszer, amely gázok térfogatának mérésén alapszik.

Kémiai reakció során fejlődött gázt gázbürettában felfogjuk, és ebben megmérjük a térfogatát. A rendelkezésre álló nyomásmérő segítségével a légköri nyomást, hőmérő segítségével az aktuális hőmérsékletet megmérjük. A jelenlevő folyadék gőznyomása és a hőmérséklet ismeretében a gáztörvények és a Dalton törvény segítségével kiszámítjuk a fejlődött gáz anyagmennyiségét.

A gázképződést eredményező kiindulási vegyület mennyiségi meghatározásához a reakció egyenlet sztöchiometriája segít.

A méréshez alkalmazott eszköz: A gáztérfogat méréséhez osztással ellátott függőleges üvegcső, a **gázbüretta** szolgál. A reakciótér, amely esetünkben egy több nyakú csiszolatos lombik ehhez a gázbürettához felülről csatlakozik. A gázbüretta alul **gumicső**vel a **nívóedénnyel** van összekapcsolva. A **nívóedény** folyadékkal (zárófolyadékkal) van feltöltve. A fejlődő gáz a gázbürettában a folyadékszintet lenyomja, és a reakció előtt és után mérhető folyadékszint különbség adja a gáz térfogatát (V_g).

Kísérletünk során elhanyagolással élve, (mivel a nyomás és a hőmérséklet nem túl nagy, a törvény szerint a valós gázok nagyon megközelítik a tökéletes gázok értékeit) a fejlődött gázt és a jelenlevő gőzöket tökéletes gáznak tekintjük, és a tökéletes gázok állapotegyenletét alkalmazzuk:

$$pV = nRT$$

V a gáz térfogata

n a gáz anyagmennyisége (mol)

R az egyetemes gázállandó (8,314 J/mol K)

T a gáz hőmérséklete (K)

p a gáz nyomása, (Pa)

A felsorolt tényezők a gáz adott állapotához tartozó értékek.

Tehát kísérletek során a leolvasott V értékhez, a gáz nyomása és hőmérséklete is pontosan ismert. A hőmérsékletet az egyéni eszközök között megtalálható hőmérő segítségével mérjük le. A laboratóriumi barométeren mérjük a külső nyomás értéket. A gáztérfogat mérése a következőképpen történik: a nívóedény emelése illetve süllyesztése útján a bürettában és a nyitott nívóedényben levő folyadék szintjét egyenlővé tesszük. A lombikban és a gázbürettában a nyomás (p_b) a külső nyomással (p_k) megegyező érték lesz,

$$p_b = p_k$$

Az így meghatározott nyomás azonban nem csak a fejlődött gáz nyomásából származik, hanem a zárt reakciótérben a reakcióelegy és a zárófolyadék gőzét is tartalmazza, amely telítettnek tekinthető. Kísérletünkben vizes oldatot alkalmazunk zárófolyadékként, tehát az adott hőmérsékleten vett telített vízgőz nyomását ismernünk kell.

A **Dalton törvény** szerint adott térfogaton és hőmérsékleten egy gázelegy nyomása egyenlő a komponensek parciális nyomásának összegével. Az egyes komponensek parciális nyomása az

a nyomás érték, amit az adott komponens akkor fejtene ki ugyanakkor a térfogatú edény falára, ha azt egymaga töltene ki.

$$p_{\text{össz}} = \sum p_i$$

ahol $i = 1-n$, n pedig a komponensek száma

A kísérletben a reakcióterben fejlődött gáz parciális nyomása a Dalton törvény szerint:

$$p_g = p_b - p_v$$

ahol p_b a belső tér teljes nyomása, p_g a keresett gáz nyomása, p_v a telített vízgőz nyomása az adott hőmérsékleten. Illetve,

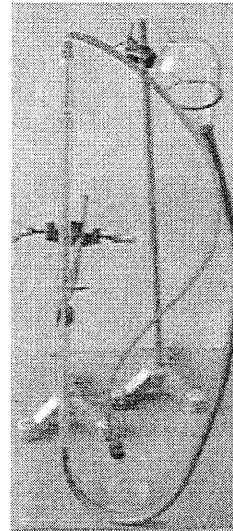
$$p_g = p_k - p_v$$

A gázvolumetriás mérések pontosságának érdekében a mérés során gondot kell fordítani a mérés teljes ideje alatt a készülék tömítettségére, a hőmérséklet pontos leolvasására, a zárófolyadék szint mérés előtti beállítására, a reakció indításának megfelelő körülményeire (teljesen lezárt rendszerben induljon meg).

A méréshez használt gázvolumetriás készülék fényképe:

Szükséges eszközök:

csiszolatos 300 ml lombik
gázbüretta, nívóedénnyel
bemérőedény
analitikai mérleg, vagy táramérleg
tölcsér
csipesz
hőmérő
barométer



A feladat leírása - a gyakorlat során csak egy feladatot szükséges elvégezni, de mindkettőből fel kell készülni.

1. A gyakorlat során ismeretlen minta NaHCO_3 tartalmát kell meghatározni gáz térfogat mérési módszerrel. A kémiai reakciót sztöchiometrika szerint lejátszódó, valamint a fejlődő szén-dioxid térfogatának, hőmérsékletének és nyomásának ismeretében kiszámítjuk a $\text{CO}_2(\text{g})$ illetve a $\text{NaHCO}_3(\text{s})$ anyagmennyiségét, majd tömegét, végül a minta NaHCO_3 tartalmát m/m %-ban

Az ismert tömegű NaHCO_3 -ot sósavval reagáltatva a következő kémiai reakció játszódik le:

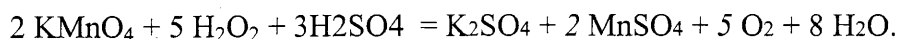


A fejlődő szén-dioxid térfogatának, hőmérsékletének és nyomásának ismeretében kiszámítjuk a $\text{CO}_{2(g)}$ illetve a $\text{NaHCO}_{3(s)}$ anyagmennyiségét, tömegét, és a minta NaHCO_3 tartalmát tömeg %-ban.

Zárófolyadékként előre elkészített kénsavas nátrium-szulfát-oldatot használunk, amelyet egy előméréssel a tényleges mérések előtt szén-dioxiddal telítettünk.

2. A gyakorlat során ismeretlen minta KMnO_4 tartalmát kell meghatározni gáz térfogatmérési módszerrel. A kémiai reakció sztöchiometrika szerint lejátszódó, valamint a fejlődő oxigén térfogatának, hőmérsékletének és nyomásának ismeretében kiszámítjuk az $\text{O}_{2(g)}$ illetve a $\text{KMnO}_4 (s)$ anyagmennyiségét, majd tömegét, végül a minta KMnO_4 tartalmát tömeg %-ban.

Az ismert tömegű KMnO_4 -ot kénsavval és hidrogén-peroxiddal reagáltatva a következő kémiai reakció játszódik le:



A fejlődő oxigén térfogatának, hőmérsékletének és nyomásának ismeretében kiszámítjuk az $\text{O}_{2(g)}$ illetve a $\text{KMnO}_4 (s)$ anyagmennyiségét, tömegét, és az ismeretlen minta KMnO_4 tartalmát tömeg %-ban.

Zárófolyadékként a mérés hőmérsékletén oxigénnel telített ioncserélt vizet használunk.

1. Elegyítsünk óvatosan 10 cm^3 hidrogén-peroxid és 25 cm^3 kénsav oldatot, az elegyet öntsük a 200 cm^3 -es Erlenmeyer lombik aljára.
2. Lyukas oldalfalú kémcső aljára szórjunk $0,79 \text{ g}$ kristályos kálium-permanganátot és helyezzük óvatosan a savelegyet tartalmazó lombikba.
3. Helyezzük vissza a lombikba a dugót, majd óvatosan döntsük meg annyira, hogy az anyagok reakcióba léphessenek.

Szükséges anyagok, eszközök:

mágneses keverővel ellátott reakcióedényhez csatlakoztatott gázvolumetriás készülék

100 ml normál lombik

kristályos NaHCO_3

ismeretlen NaHCO_3 -tartalmú porkeverék

6 mol/dm^3 HCl

kristályos kálium-permanganát

20%-os kénsav oldat

30%-os hidrogén-peroxid oldat

Az 1. mérés lépései.: Az ismeretlen minta NaHCO_3 tartalmának meghatározása

1. Ellenőrizze és jegyezze fel a külső nyomást és a hőmérsékletet.

Mérések száma	Nyomás [Hg mm]	Nyomás [Pa]	Megjegyzés
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			

Mérések száma	T ₀ Hőmérséklet [°C]	T ₀ Hőmérséklet [K]	T _v Hőmérséklet [°C]	T _v Hőmérséklet [K]	Megjegyzés
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

- Óvatosan öntsön a reakcióedénybe 60 cm³, 6 mol/dm³ HCl-oldatot.
- Mérjen ki analitikai mérlegen 3 tizedesjegy pontossággal 0.25 szilárd NaHCO₃-ot. Ezzel a méréssel gyakorolja a mérés technikát és egyben a zárófolyadékot CO₂-dal telíti.
- Mérjen le analitikai mérlegen 3 tizedesjegy pontossággal ötször 0,1 g szilárd NaHCO₃-ot, és az ismeretlen NaHCO₃-at tartalmazó mintából háromszor 0,2 g-ot. Készítsen táblázatot, a mintákat és a bemérés eredményeit a táblázatba jegyezze fel.

Minta táblázat az mérési eredmények feljegyzéséhez:

Mérések száma	Bemért tömeg [g]	Keletkezett gáz térfogat- V _v [cm ³]	Megjegyzés
1-NaHCO ₃			
2-NaHCO ₃			
3-NaHCO ₃			
4-NaHCO ₃			
5-NaHCO ₃			
6-ismeretlen			
7-ismeretlen			
8-ismeretlen			

- Készítse elő a 0.25g szilárd NaHCO₃-ot tartalmazó KAPSZULÁT .

2. Állítsa össze a reakcióedényt úgy hogy a csiszolatos dugója jól zárjon. Bizonyosodjon meg arról, hogy a gázrendszer jól zár. Ehhez süllyessze le lassan a nívóedényt és közben figyelje a gázbürettában levő folyadékszintet. Ha a szint a bürettában előbb csökken, majd megáll - magasabban, mint a nívóedényben levő folyadék szintje - a rendszer légmentesen zár.

3. Dobja be a megtöltött kapszulát a savba. A zselatin kapszula savban való oldódása kb. 1-1,5 percet igényel, ezért ez alatt kell gyorsan elvégezni a következőket: A nívóedény segítségével nyitott állapotban állítsa a gázbürettában a folyadékszintet 0 és 2 cm³ közé, s a szint megtartása mellett a csiszolt dugóval zárja le a reakcióedényt. Az 1. pontban leírtak szerint ellenőrizze, légmentesen zárt-e a rendszer. Ha igen, a nívóedény segítségével a folyadékszintet a büretta két szárában hozza pontosan egyenlő szintre.

4. Kapcsolja be a mágneses keverőt. Amikor a kapszula feloldódik és a sav a hidrogénkarbonáttal érintkezik, megindul a gázfejlődés, a bürettában hirtelen csökkenni kezd a folyadékszint. Tanácsos a nívóedénnyel nagyjából követni a változást, hogy az esetleges apró tömítetlenségek hatását minimálisra csökkentsük.

5. (Ennél az első, telítési kísérletnél előfordulhat, hogy a folyadékszintet a fejlődő gáz „lenyomja” a skála legaljáig. Ekkor a rendszert legkönnyebben a reakcióedény csiszolatos dugójának kiemelésével „levegőztethetjük fel”. Gyorsan emeljük fel a folyadékszintet 0-2 cm³ közé és újra zárjuk le a reakcióedényt.) Egy idő múlva a folyadékszint csökkenése lelassul, majd a folyadék szintje ismét emelkedni kezd.

Amikor már 2-3 ellenőrzés után sem észleltünk további emelkedést, a zárófolyadék széndioxiddal történő telítését teljesnek tekinthetjük.

Mérési feladat

1. Készítse elő az 1. számú kapszulát, amelyet NaHCO₃-tal töltött meg.

2. Illessze be a reakcióedény csiszolatos dugóját hogy jól zárjon.

3. Dobja be a megtöltött kapszulát a savba. A nívóedény és a büretta folyadékszintjét hozza pontosan egyenlő szintre.

4. Olvassa le és jegyezze fel a bürettaállást (V_0) valamint a pontos hőmérsékletet is

5. Kapcsolja be a mágneses keverőt. Amikor a kapszula feloldódik és a sav a hidrogénkarbonáttal érintkezik, megindul a gázfejlődés, a bürettában hirtelen csökkenni kezd a folyadékszint. Tanácsos a nívóedénnyel nagyjából követni a változást, hogy az esetleges apró tömítetlenségek hatását minimálisra csökkentsük.

6. Amikor a gázfejlődés megszűnik, azaz a folyadékszint helyzete 2-3 perc után sem változik, a nívóedény segítségével ismét állítsa pontosan azonosra a két folyadékszintet és így olvassa le a bürettaállást (V_v). Olvassa le ismét a hőmérsékletet is (T_v) és mindkettőt jegyezze fel a táblázatba.

7. Ismétlje meg a mérést a másik négy kapszulával és az ismeretlenekkel is. A mérések elején és végén leolvasott hőmérséklet- és bürettaállásokat a táblázatba folyamatosan jegyezze fel.

A mérési adatok feldolgozása

1. A mérési adatok feldolgozásának eredményeit a 4. táblázatba jegyezze fel.

2. A megtöltött kapszula tömegéből kivonva az üres kapszula tömegét, megkapja az adott minta tömegét (m_{minta}).

3. A reakció utáni (V_v) és előtti (V_0) bürettaállás különbségéből számítsa ki a gáz térfogatát (V). Ügyeljen arra, hogy m³-be váltsa át!

4. A reakció előtt (T_0) és után (T_v) leolvasott hőmérséklet átlagolásával számolja ki a gáz hőmérsékletét (T). Ügyeljen arra, hogy K-ben adja meg!

5. Olvassa le a külső légnyomás értékét (p_k) a laboratóriumi barométerről, majd váltsa át Hgcm-ről Pa mértékegységre
6. Keresse ki az 5. táblázatból a telített vízgőz nyomását (p_v) a kísérleti hőmérsékleteken, és váltsa át Pa mértékegységre. Vonja ki a barométerállás értékéből. Ez lesz a fejlődött szén-dioxid nyomása (p_g).
7. Az általános gáztörvény felhasználásával számítsa ki a fejlődött CO_2 gáz anyagmennyiségét (n_{CO_2}). A reakció sztöchiometriájának és a NaHCO_3 moláris tömegének ismeretében, számítsa ki, a kiindulási minta milyen tömegű NaHCO_3 -ot tartalmazott.
8. A bemérési tömegek ismeretében, számítsa ki a 3., 4., 5. minták tömegszázalékos NaHCO_3 -ot tartalmát. Átlagolva a három értéket, adja meg a porkeverék tömegszázalékos NaHCO_3 -ot tartalmát.
9. A gyakorlat végén a reakcióedényben levő savat hígítsa fel vízzel, s azt a készülékhez mellékelt üvegcső és vízszugárszivattyú segítségével szippantsa ki. Hasonló módon alaposan, többször öblítse ki az edényt ioncserélt vízzel.

V. Diskusszió

Szövegesen értékelje a kapott mérési és számítási eredményeket a következő, ajánlott szempontok felhasználásával:

- A NaHCO_3 mintákkal végzett mérések eredményét hasonlítsa össze százalékosan a közvetlen bemérésekkel. Mennyire találja jónak az egyezést? Mennyire különbözött a két mérés pontossága egymástól? Milyen következtetést tud ezekből levonni a *módszer* pontosságára, használhatóságára vonatkozóan?
 - Mekkora lehet a végeredmény hibája? Miben látja a hibalehetőségeket? Fontolja meg pl. a következőket:
 - Az ismeretlenek esetén mennyire tért el a három párhuzamos mérés eredménye egymástól és az átlagértéktől?
 - Azonos volt-e minden esetben a gáz hőmérséklete?
 - Tökéletesen tömített volt-e a rendszer? Az esetleges apró tömítetlenségek mekkora és milyen jellegű hibát okozhatnak?
 - Elég pontosan kiegyenlítette-e a folyadékszinteket a buretta leolvasásakor? Miért fontos ez?
 - Érvényesek-e szigorúan a számításhoz használt összefüggések a vizsgált esetben?
- Tekinthetőe
a CO_2 és a telített vízgőz tökéletes gáznak?
- Milyen egyéb hibalehetőség lehetséges még?

Függelék

1. táblázat

1 HgcmHgmmPa
1 torrHgmmPa
1 barHgmm.Pa
2. táblázat
kapszula
sorszám

Kérdések

1. Írja fel a tökéletes gáztörvényt és a Dalton törvényt kifejező egyenleteket. Adja meg az egyenletekben szereplő szimbólumok jelentését és az egymással összhangban használható mértékegységeit!
2. Mit mérhetünk gázbürettával? Melyek a pontos gázbürettás mérés feltételei? Hogyan kell megválasztani az alkalmas zárófolyadékot a gázbürettához?
3. Milyen összefüggés van a keletkező CO_2 - gáz térfogata és a szilárd minta NaHCO_3 - tartalma között? Hogyan méri a keletkező gáz hőmérsékletét és nyomását?

Számítási feladatok

1. Hány kPa a gázbürettában levő CO_2 nyomása $27,5^\circ\text{C}$ -on, ha a mért légnyomás $356,2$ Hgmm volt, a víz tenziója pedig ezen a hőmérsékleten $26,11$ torr?
96
2. Mekkora annak a NaHCO_3 - NaNO_3 porkeveréknek a tömeg%-os összetétele, amelynek $0,4524$ g-jából főlslegben adott HCl -oldat hatására megfelelő berendezésben $49,2$ cm³ standardállapotú CO_2 fejlődött?
3. Hány g NaHCO_3 -ot használtunk abban a kísérletben, amelynek során feleslegben hozzáadott sósav hatására megfelelő berendezésben $42,3$ cm³ $26,3^\circ\text{C}$ -os, $98,6$ kPa nyomású CO_2 gáz fejlődött?
4. Hány cm³ $99,3$ kPa nyomású CO_2 gáz fejlődése várható, amikor $24,3^\circ\text{C}$ -os rendszerben $0,151$ g NaHCO_3 -hoz föls mennyiségű sósav-oldatot adunk?

1. Elegyítsünk óvatosan 10 cm³ hidrogén-peroxid és 25 cm³ kénsav oldatot, az elegyet öntsük a 200 cm³-es Erlenmeyer lombik aljára.
2. Lyukas oldalfalú kémcső aljára szórjunk $0,79$ g kristályos kálium-permanganátot és helyezzük óvatosan a levegyet tartalmazó lombikba.
3. Helyezzük vissza a lombikba a dugót, majd óvatosan döntsük meg annyira, hogy az anyagok reakcióba léphessenek.

Zárófolyadékként 5% kénsavat tartalmazó 20% -os nátrium-szulfát-oldatot használunk, amely azonban csak akkor alkalmas a CO_2 -gáz térfogatának mérésére, ha azt előbb szén-dioxiddal telítjük.