

1. Sűrűségmérés piknométerrel

Oldószer elegy összetételének meghatározása

Feladat

A gyakorlat során két különböző oldószer kivánt mennyiségeinek összemérésével pontosan ismert összetételű folyadékelegyeket készítünk. Piknométeres módszerrel mérjük ezek, ill. a tiszta oldószer, valamint egy ismeretlen összetételű elegy sűrűségét. A kapott adatokból készített sűrűség – összetétel grafikonnál leolvassuk a mért sűrűségnek megfelelő ismeretlen összetételt.

Bevezetés

Abszolút sűrűsége (ρ) a térfogategységnyi anyag tömegét értjük:

$$\rho = m/V \quad \text{ahol } m \text{ a } V \text{ térfogatú anyag tömege} \quad (1)$$

SI mértékegysége kg/m^3 , a gyakorlatban azonban folyadékok sűrűségét g/cm^3 , gázokét g/dm^3 egységben szokták megadni.

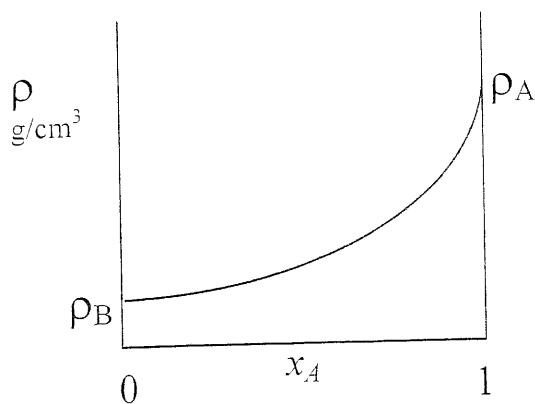
A relatív sűrűség (ρ_{rel}) két anyag abszolút sűrűségének hányadosa, ennek megfelelően mértékegység nélküli viszonyszám. Két azonos térfogatú anyag esetén ρ_{rel} tömegeik hányadosaként is megadható, mert egyenlő térfogatban levő tömegeik úgy aránylanak egymáshoz, mint az abszolút sűrűségeik. Mivel azonos állapotú gázok egyenlő térfogatai egyenlő anyagmennyiségű gázt tartalmaznak, ebből következően két azonos állapotú gáz relatív sűrűsége megadható moláris tömegük hányadosaként is.

$$\rho_{rel} = \rho_1 / \rho_2 = m_1 / m_2 = M_1 \cdot n / M_2 \cdot n = M_1 / M_2 \quad (2)$$

A folyadékok relatív sűrűségét a 4°C hőmérsékletű desztillált vízre szokták vonatkoztatni. A Párizs melletti mértékitelesítési intézetben őrzött Pt-Ir hengerre vonatkoztatva 1 cm^3 4°C hőmérsékletű desztillált víz pontos tömege 0,999973 g. A folyadékok sűrűsége - így a vízé is - függ a hőmérséklettől, ezért a víz sűrűségét 4°C-tól eltérő hőmérsékleteken a közikönyvek táblázatosan közlik (ld. 5. táblázat).

A sűrűségmérés gyakran analitikai célokat szolgál, adatai azonban sokszor szükségesek különféle összetett mérésekhez is. Elterjedten használják bizonyos anyagok azonosítására vagy minőségük megítélésére, oldatok összetételének tapasztalati kalibrációs görbe alapján történő meghatározására is.

Folyadékelegyek esetében a tapasztalati kalibrációs görbét mindenképpen fel kell venni, mert a folyadékelegyek sűrűsége – a térfogattal ellentétben – sohasem, még ideális elegy esetében sem (!) tevődik össze additíven a tiszta komponensek sűrűségéből, értéke az elegy összetételével nem lineárisan változik. (lásd 1. ábra)



1. ábra Folyadékkelely sűrűsége az egyik komponens móltörtjének függvényében

Amennyiben a két komponens ideális elegyet képez, a tiszta komponensek térfogata összeadódik (additív), reális elegy esetében nem. Amikor a reális elegy térfogata nagyobb, mint a komponensek elegyítés előtti térfogatának összege, elegyítési dilatációról („tágulás”), amikor kisebb, elegyítési kontrakcióról („összehúzódás”) beszélünk.

A folyadékok sűrűségének meghatározása leggyakrabban areométerrel, Mohr-Westphal mérleggel vagy piknométer segítségével történhet. Ezek közül a piknométeres módszer a legpontosabb, amennyiben a tömegek mérésére analitikai mérleget használunk. Többféle típusú piknométer használatos, de mindegyik jó minőségű üvegből készült, becsiszolt dugóval zárható, legtöbbször hőmérővel ellátott, kis önsúlyú edény. Legfontosabb tulajdonsága, hogy gondos és szabályszerű feltöltés esetén a beletöltött folyadék térfogata nagy pontossággal mindig azonos.

Tehát, ha megmérjük a száraz üres piknométer, valamint az ismert sűrűségű folyadékkal (pl. desztillált víz) töltött piknométer tömegét, az (1) egyenlet segítségével a piknométer pontos térfogata kiszámítható. Az ismeretlen folyadék sűrűségét az ismeretlen folyadékkal töltött piknométer tömegének mérésével, a piknométer pontos térfogatának és a száraz üres piknométer tömegének ismeretében számolhatjuk.

Kísérleti útmutató

Figyelem! A gyakorlaton végzendő munkához szükséges, hogy **otthon előre** elvégezze az alábbiakat:

- **elkészíti a** függelékben bemutatott **táblázatokat**
- kiszámítja, *A* és *B* milyen térfogatait kell összemérni, hogy adott x_A móltörtű elegyet készíthessünk és **kitölti a 2. táblázatot**

$$V_A + V_B = 25 \text{ cm}^3$$

$$x_A + x_B = 1$$

$$x_A = \frac{n_A}{n_A + n_B} = \frac{\frac{m_A}{M_A}}{\frac{m_B}{M_B} + \frac{m_A}{M_A}} = \frac{\frac{\rho_A V_A}{M_A}}{\frac{\rho_B V_B}{M_B} + \frac{\rho_A V_A}{M_A}} = \frac{\frac{\rho_A V_A}{M_A}}{\frac{\rho_B (25 - V_A)}{M_B} + \frac{\rho_A V_A}{M_A}}$$

$$\text{ebből } V_A\text{-t kifejezve: } V_A = \frac{25x_A\rho_B M_A}{x_A\rho_B M_A + (1-x_A)\rho_A M_B}$$

(3)

A anyag mindig a víz, B anyag pedig a gyakorlatbeosztásnak megfelelő alkohol (lásd 1. táblázat).

II. Mérési feladat

Szükséges anyagok, eszközök:

A anyag, (víz, spriccflaskában)

B anyag

ismeretlen összetételű, A és B anyagot tartalmazó elegy (X jelzéssel)

piknométer szárításához aceton, hajszárító

4 db csiszolt dugós Erlenmeyer lombik

mérőhenger

piknométer 1 csiszolt dugóval és 1 csiszolatos kupakkal

1. Számozza meg és analitikai mérlegen mérje le a 4 db *tiszta, száraz* csiszolt dugós Erlenmeyer lombikot dugóval együtt (m_0)¹.
2. Mindegyikbe mérje be mérőhengerrel az A komponens I. pontban kiszámított mennyiségeit. Ismét mérje meg analitikai mérlegen a négy lombik tömegét (m_A^*).
3. A lombikokba most mérje be a másik mérőhengerrel a B komponens megfelelő mennyiségeit. Ismét mérje meg a lombikok tömegét analitikai mérleggel (m_B^*).

A mért adatokat a 3. táblázat megfelelő rovataiba írja.

III. Mérési feladat

1. Mérje meg analitikai mérlegen a *tiszta, száraz* piknométer tömegét (m_p).
2. Töltse meg a piknométert a *tiszta* A komponenssel. Ahhoz, hogy a mérésünk megfelelően pontos legyen, a tömegmérés pontosságán kívül gondosan ügyelni kell a következőkre is:
 - kezdetben a piknométernek teljesen tisztának és *száraznak* kell lennie
 - a folyadékkal töltött piknométernek *buborékmentesnek* kell lenni

¹ A mérési időt jelentősen csökkentheti azzal, hogy a számozott lombikok tömegét először a gyorsmérlegen méri le 3 tizedesjegy pontossággal, s az ennek megfelelő súlyokat teszi eleve az analitikai mérlegre, így itt csupán az utolsó tizedesjegyet kell pontosan meghatározni. Hasonló módon célszerű eljárni a további pontokban leírt tömegmérések esetén is.

- a piknométert a kapilláris zárókupakjának levétele után *színültig* kell tölteni, majd a csiszolt dugót *hirtelen* beledugni, úgy, hogy a folyadék a kapillárison át kifröccsenjen. A kapilláris kupakját visszatéve a piknométer *külsejét papírtörlővel gondosan le kell itatni, és teljesen szárazra törölni!*
 - a folyadékok *hőmérsékletének* minden méréskor *azonosnak* kell lenni az ismert sűrűségűnek tekintett víz hőmérsékletével
3. Mérje meg analitikai mérlegen a megtöltött, kívül száraz piknométer tömegét. A mért értéket jegyezze fel a 4. táblázatba (piknométer tömege, (A)).
 4. Ürítse ki, majd acetonos öblítés után hajszárító segítségével teljesen szárítsa ki a piknométert.
 5. Töltse fel az (1) oldattal a piknométert a 2. pontban leírtak szerint. Mérje meg a megtöltött piknométer tömegét. A mért értéket jegyezze fel a 4. táblázatba.
 6. Ürítse ki a piknométert az e célra adott gyűjtőedénybe. *Soha ne öntsön szerves oldószert a lefolyóba!* Ismétlje meg a 4) pontban leírtakat a (2), (3), (4) számú folyadékeleggyel, a tiszta B anyaggal, majd az ismeretlen összetételű A és B anyagot tartalmazó eleggyel is (X). A mért adatokat a 4. táblázat megfelelő rovataiba írja.

IV. A mérési adatok feldolgozása

1. A bemért, és a 3. táblázatban feljegyzett tömegek alapján számítsa ki az (1) - (4) elegyek **pontos** összetételét móltörtben. (Folytassa a 3. táblázat kitöltését.)
2. A 3. táblázat adatai alapján kezdje el kitölteni a 4. táblázatot. A 4. táblázat első oszlopa megegyezik a 3. táblázat utolsó oszlopával.
3. Számítsa ki a piknométerben levő A anyag tömegét (a megtöltött piknométer tömegéből vonja le az üres piknométer tömegét), ebből a víz adott hőmérsékleten megadott sűrűségének (ld. 5. táblázat) felhasználásával a piknométer pontos térfogatát (V_p).
4. A 4. táblázat értelemszerű további kitöltésével számítsa ki előbb a piknométerben levő folyadékok tömegét, a piknométer pontos térfogatának (V_p) ismeretében azok sűrűségét.
5. Ábrázolja milliméterpapíron a kapott sűrűségeket x_A függvényében.
6. Az ismeretlen elegy (X) mért sűrűsége alapján olvassa le az ábráról az ismeretlen elegy összetételét.

1. táblázat

Gyakorlat száma	A	B	M_A (g/mol)	M_B (g/mol)	ρ_A (g/cm ³)	ρ_B (g/cm ³)
1a	víz	etanol	18,02	46,07	1,0	0,789
1b	víz	i-propanol	18,02	60,10	1,0	0,785
1c	víz	metanol	18,02	32,04	1,0	0,791

2. táblázat

	x_A	x_B	V_A (cm ³)	V_B (cm ³)
(1)	0,8			
(2)	0,6			
(3)	0,4			
(4)	0,2			

3. táblázat

	Üres lombik tömege	Lombik + A	Lombik + A + B	$m_A - m_0$	$m_B - m_A$	m_A/M_A	m_B/M_B	
	m_0 (g)	m_A (g)	m_B (g)	m_A (g)	m_B (g)	n_A (mol)	n_B (mol)	X_A
(A)	—	—	—	—	—	—	—	1,000
(1)								
(2)								
(3)								
(4)								
(B)	—	—	—	—	—	—	—	0,000

4. táblázat

	x_A	Piknométer tömege, g	Folyadék tömege g	ρ , g/cm ³	
(0) (üres)	-	m_p^0	-	-	
(A)	1,000			(ld. 5. táblázat)	$V_p = \text{cm}^3$
(1)					
(2)					
(3)					
(4)					
(B)	0,000				
(X)					

5. táblázat

T (°C)	A víz sűrűsége g/cm ³	T (°C)	A víz sűrűsége g/cm ³
16	0,997798	23	0,996599
17	0,997659	24	0,996386
18	0,997510	25	0,996164
19	0,997349	26	0,995931
20	0,997177	27	0,995689
21	0,996995	28	0,995438
22	0,996802	29	0,995177