

Úloha 8: Rektifikace a práce s plyny

Zadané úlohy

1. Rektifikací rozdělíte směs ethyl-acetátu a toluenu. Průběh závislosti teploty varu na čase vyjádříte graficky. U jednotlivých frakcí změřte jejich index lomu.
2. Na základě teplot varu a indexů lomu jednotlivých frakcí určete zastoupení jednotlivých složek ve výchozí směsi.
3. Určete obsah uhličitanu vápenatého ve vzorku mramoru.

Teoretický úvod

Rektifikace

Rektifikace je destilační metoda, která využívá rozdílných teplot varu dvou látek v homogenní směsi. Tím pádem látka, která má nižší teplotu varu je koncentrovanější v páře a látka s vyšší teplotou varu je koncentrovanější v kapalině.

Děj probíhá v rektifikační koloně v její horní části je odpařována látka s nižší teplotou varu. Na kolonu je dále připevněn chladič a kapalina já odtud jímáná pomocí refluxu.

Měření indexu lomu

Index lomu je poměr rychlosti světla ve vakuu a v dané kapalině.

$$n = \frac{c}{v}$$

Index lomu měříme na tzv refraktometru. My užíváme refraktometr Abbeova typu. Jeho jádro se skládá ze dvou hranolů (měřící a osvětlovacího) Mezi ně se vkládá příslušná tekutina. To celé je pozorováno okulárem, abychom zjistili daný index lomu.

Práce s plyny

Při různých chemických reakcích dochází k uvolňování různých plynů. Z jejich objemu můžeme spočítat ji jejich množství v původním vzorku pomocí vzorce.

$$pV = nRT$$

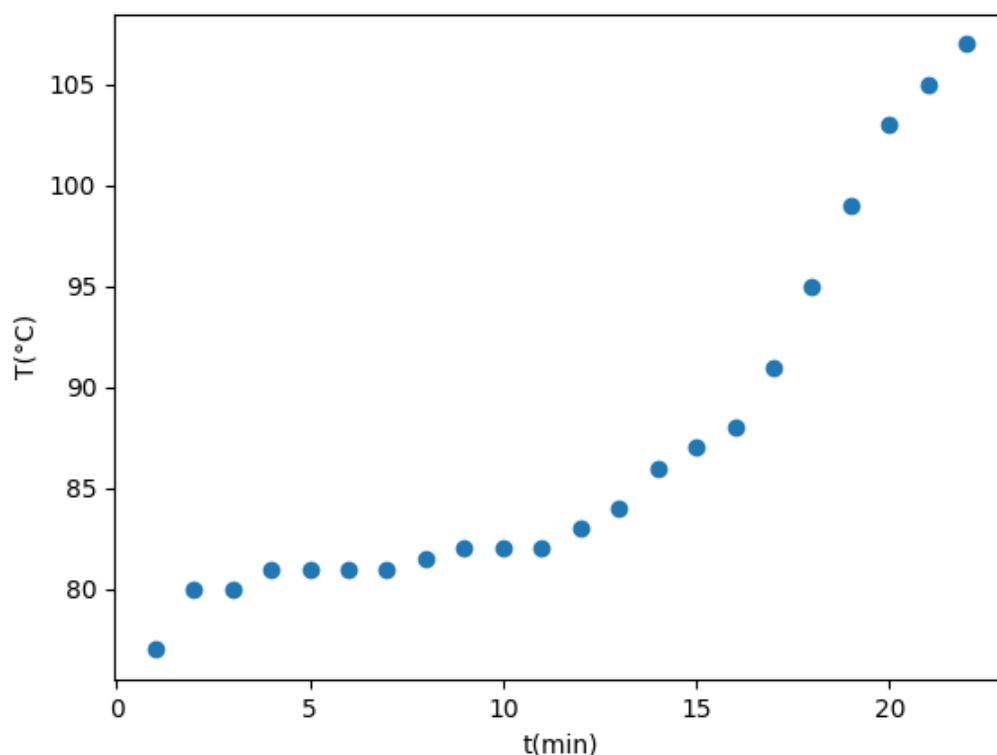
Kdy p jest tlak (Pa), V objem plynu (m^3), n látkové množství plynu (mol), R univerzální plynová konstanta ($R = 8,314 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$) a T je termodynamický teplota (K) Nejjednodušeji určujeme objem plynu v eudiometru. Eudiometr je sestaven z odměrného válce naplněného uzavírací kapalinou, ponořeného vrškem ve vaně také naplněné uzavírací kapalinou. Objem jímáného plynu je roven objemu uzavírací kapaliny, která byla z válce vytlačena, odečítáme jej rovnou na stupnici válce.

Postup

Rozdělení směsi ethyl-acetáty a toluenu rektifikací

Do stojánku bylo připraveno osm popsaných zkumavek. Do 250 ml kulaté baňky byly vloženy varné kamínky a bylo nalito 100 ml směsi určené k destilaci. Baňka byla připojena

ke koloně a topné hnízdo bylo posunuto tak, aby baňka dosedla. Bylo započato zahřívání a voda byla puštěna do chladiče. Kohout refluxu byl zavřený. Na koloně byla ustavována rovnováha 5 minut od doby, co se směs v baňce začala vařit. Postavení rovnováhy byly do zkumavek jímány jednotlivé frakce. Během rektifikace byla v minutových intervalech zaznamenávána teplota.



Po najímání 75 ml destilátu bylo vypnuto topné hnízdo, setrvačností se dojímal poslední 5 ml.

Grafický záznam destilace – graf závislosti teploty varu směsi na čase. Na refraktometru byly změřeny indexy lomu standardu toluenu a ethyl acetátu a následně jednotlivých frakcí jednotlivých frakcí.

Podle naměřených údajů bylo odhadnuto v jakém poměru byl toluen a ethyl acetát zastoupen v původním roztoku.

Eudiometrické stanovení obsahu CaCO_3 ve vzorku mramoru

Byla sestavena eudiometrická aparatura a bylo naváženo 1,00 g neznámého vzorku. Navážka byla opatrně vložena na dno baňky. Zátka, která uzavírala přikapávací nálevku, byla nahrazena zátkou s trubičkou. Ta byla připojena k ocelové lahvi s CO_2 a byl otevřen kohout přikapávací nálevky. Poté byl otevřen ventil tlakové láhve. Oxid uhličitý byl mírným proudem ponechán procházet aparaturou, po 5 minutách byl přívod CO_2 zastaven. Eudiometr, v našem případě odměrný válec, byl naplněn vodou, dále byla pod spodní okraj zasunuta zaváděcí trubička.

Do přikapávací nálevky bylo nalito 10 ml koncentrované HCl . Aparatura byla uzavřena zátkou. Byl otevřen kohout a kyselina nakapala na neznámý vzorek. Při reakci se uvolňovalo CO_2 , který bylo zachytáváno do odměrného válce. Bylo odečteno jeho množství. Byla zapsána teplota vody ($t_{\text{H}_2\text{O}} = 28^\circ\text{C} = 301,15\text{ K}$) a tlak v laboratoři ($p = 765\text{ mb} = 76,5\text{ kPa} = 76500\text{ Pa}$). Podle rovnice $\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$, můžeme vidět, že látkové množství je CO_2 stejné jako CaCO_3 . Byla vypočítána hmotnost CaCO_3 .

Naměřené hodnoty

Minuta	Teplota	zkumavka
1	77	1
2	80	
3	80	
4	81	
5	81	2
6	81	
7	81	
8	81,5	
9	82	
10	82	
11	82	3
12	83	
13	84	
14	86	
15	87	
16	88	
17	91	4
18	95	
19	99	
20	103	
21	105	
22	107	5

23	108	
24	110	
25	110	
26	110	6
27	110	
28	110	
29	110	
30	110	7
31	110	
32	110	
33	110	
34	110	8
35	110	
36	110	

Číslo zkumavky	Index lomu
1	1,3825
2	1,3855
3	1,404
4	1,474
5	1,4905
6	1,492
7	1,4925
8	1,493

Tabulka indexu lomu jednotlivých frakcí

Výpočty

Hmotnost uhličitanu vápenatého

$t_{H_2O} = 28^{\circ}C = 301.15\ K$
 $p = 765\ mb = 76500\ Pa$
 $V_{CO_2} = 196ml = 0.000196\ m^3$
 $p_{aq} = 3.778\ kPa = 3778\ Pa$
 $M_{CaCO_3} = 100.09\ g \cdot mol^{-1}$
 $R = 8.314\ J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$

$$m_{CaCO_3} = M \cdot \frac{(p - p_{aq}) \cdot V}{R \cdot T}$$
$$m_{CaCO_3} = 0.5698 \text{ g}$$

Hmotnostní zlomek uhličitanu vápenatého

$$m_{CaCO_3} = 0.5698 \text{ g}$$

$$m = 1 \text{ g}$$

$$w_{CaCO_3} = \frac{m_{CaCO_3}}{m}$$
$$w_{CaCO_3} = 56.98\%$$

Závěr

Rektifikací byl zjištěn poměr směsi ethylacetát:toluen 3:7. V druhé části úlohy byl pomocí eudiometrického stanovení spočítán obsah $CaCO_3$ ve vzorku mramoru spočítán na 56,98%.