Niniejsze instrukcje objęte są prawami autorskimi – Kazimierz Warmiński, Agnieszka Bęś, Katedra Chemii, UWM w Olsztynie

Licencja Creative Common Uznanie autorstwa-Użycie niekomercyjne-Na tych samych warunkach 4.0 Międzynarodowe (CC BY-NC-SA 4.0)



**Ćwiczenie 1**

**Badanie właściwości i analiza nienawozowych produktów wytwarzanych z surowców chemicznych**

*Wstęp*

Z surowców chemicznych pochodzenia geologicznego (geosurowców chemicznych) wytwarzanych jest szereg produktów nieorganicznych. Celem ćwiczenia jest ocena niektórych właściwości chemicznych i fizycznych wybranych produktów chemicznych oraz ich ilościowa analiza fizykochemiczna.

*Oceniane produkty:*

1. Chlorek wapnia uwodniony (6-hydrat)
2. Sól kamienna i ważona
3. Soda kalcynowana i krystaliczna
4. Soda oczyszczona
5. Wapno gaszone i wapno palone
6. Węglan wapnia
7. Magnezja palona
8. Cement portlandzki
9. Gips budowlany i gips uwodniony cz.d.a.
10. Siarczan(VI) miedzi(II) uwodniony
11. Chlorek żelaza(III) uwodniony
12. Podchloryn sodu (chloran(I) sodu)
13. Pirosiarczyn sodu (disiarczan(IV) sodu)

**Ćwiczenie 1A. Badanie higroskopijności i skuteczności środka osuszającego (hydratu chlorku wapnia).**

*Wykonanie i obliczenia*

Doświadczenie wykonać na początku zajęć, ze względu na długi czas obserwacji. Najpierw dokładnie zważyć szklane naczynka wagowe bez pokrywek (potrzebne są cztery naczynka). Do każdej naważyć po 0,5 g CaCl2∙6H2O). Wynik zapisać z dokładnością do minimum 0,001 g. Dwa naczynka pozostawić na stole, dwa kolejne wstawić do zlewki (o pojemności 250 ml) z ok. 50 ml wody, do której włożono odwróconą małą zlewkę (naczynka ustawić na odwróconej małej zlewce, tak aby nie dotykały poziomu wody). Całość nakryć folią aluminiową. W tym układzie spodziewać się można dużej wilgotności powietrza (RH≈100 %), natomiast w warunkach pokojowych wilgotność na ogół jest niższa niż 50%. Naczynka zważyć ponownie po około 30-40 minutach, następnie w równych odstępach czasowych (przynajmniej 5-krotnie). Obserwować również zmiany wizualne. Wyniki zestawić w tabeli wynikowej. Obliczyć %wody (% przyrostu masy) zaadsorbowanej przez środek suszący. Sporządzić wykres % przyrostu masy (*W%i*) w czasie dla obu wariantów wilgotnościowych.



Wzór tabeli wynikowej

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Wariant | Nr naczynka | Pomiar masy naczynka z CaCl2∙6H2O [g] | | | | | | |
| pustego naczynka,  m0 | na początku,  m1 | po czasie ti  mi | po czasie ti  mi | po czasie ti  mi | po czasie ti  mi | po czasie ti  mi |
| Wilgotność  zwykła |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| Wilgotność  podwyższona |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| ***Czas ti [min.]*** | | ***0*** | ***0*** |  |  |  |  |  |

**Ćwiczenie 1B. Analiza części nierozpuszczalnych w soli kamiennej i ważonej.**

*Wykonanie i obliczenia*

Odważ 50 g soli kamiennej i zapisz wynik z dokładnością do minimum 0,001 g. Do zlewki dodać 180-200 ml wody destylowanej i odważonej soli. Mieszaj do całkowitego rozpuszczenia (można użyć mieszadła magnetycznego. Oznacz ołówkiem suchy sączek z bibuły (np. nr 1). Zważ go, a następnie złóż. Przesącz roztwór soli przez sączek umieszczony w lejku. Zwróć uwagę, aby roztwór soli przenieść na sączek ilościowo, tzn. należy kilkukrotnie przepłukiwać zlewkę wodą destylowaną, aby usunąć z niej całość substancji (na dnie mogą być części nierozpuszczalne). Po przesączeniu, sączek należy dokładnie, kilkukrotnie przepłukać małymi porcjami wody destylowanej. Dokładność przepłukania sączka sprawdzić pobierając około 5 ml ostatniej partii popłuczyn do probówki. Dodać kilka kropel roztworu AgNO3. Jeżeli nie wytrąca się biały osad oznacza to, że sączek jest dobrze przepłukany. Jeśli obserwujemy bały osad lub zmętnienie wywołane wytrącaniem AgCl, proces przepłukiwania sączka należy powtórzyć kilkukrotnie. Następnie mokry sączek złożyć i umieścić na naczyniu wagowym (wcześniej zważonym). Całość suszyć w suszarce do stałej masy.

Powyższe czynności wykonać równocześnie dla soli ważonej. Pomiary wykonać w dwóch powtórzeniach.

Wyniki zestawić w tabeli i obliczyć % zawartość części nierozpuszczalnych w obu rodzajach soli.

Wzór tabeli.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Rodzaj soli | Masa soli [g] | Numer naczynka i sączka | Masa sączka [g] | Masa naczynka wagowego [g] | Masa naczynka z sączkiem po wysuszeniu [g] | OBLICZENIA – części nierozpuszczalne | | |
| masa [g] | Współczynnik zmienności () | % zawartość |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

**Ćwiczenie 1C. Ilościowe oznaczanie wody krystalizacyjnej w niektórych solach technicznych oraz badanie kinetyki dehydratacji**

*Wykonanie i obliczenia*

Analiza ilościowa wody krystalizacyjnej soli polega na suszeniu w odpowiedniej temperaturze (na ogół wystarcza 110-130oC) do stałej masy. W trakcie suszenia należy co określony czas kontrolować dynamikę ubytku masy. Z końcowego ubytku masy i z odpowiednich obliczeń stechiometrycznych można określić liczbę cząsteczek wody, która krystalizuje z daną solą.

Do doświadczenia wykorzystamy: sodę krystaliczną (uwodniony węglan sodu), sodę kalcynowaną (bezwodny węglan sodu), siarczan(VI) miedzi(II) uwodniony, chlorek żelaza(III) uwodniony, sól ważoną (NaCl), węglan wapnia lub inny zestaw soli wskazany przez prowadzącego ćwiczenia. Najpierw dokładnie zważyć naczynka wagowe z pokrywkami (potrzebnych jest 12 naczynek = 6 soli x 2 powtórzenia). Następnie zważyć po ok. 1 g każdej z w/w soli (wynik zapisać dokładnie – masa naczynka z pokrywką i solą, z dokładnością minimum 0,001 g). Wstawić do suszarki laboratoryjnej, ustawiając na płytce szklanej. Temperatura suszenia: 130 oC. W odstępach 15-minutowych wykonywać pomiary masy. W tym celu po pierwszych 15 minutach wystawić naczynka z suszarki, zamknąć je pokrywkami i wstawić na chwilę do eksykatora do ostygnięcia (UWAGA! GORĄCE - używać rękawiczek ochronnych lub chwytaka!). Zważyć i zapisać wynik. Następnie wstawić do suszarki na kolejne 15 minut. Czynność powtarzać, aż do uzyskania stałej masy, ale nie krócej niż po 6 cyklach.

Wzór tabeli wynikowej

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Nazwa produktu (soli) | Nr naczynka | Pomiar masy [g] | | | | | | | |
| pustego naczynka,  m0 | naczynka z solą przed suszeniem  m1 | naczynka z solą po suszeniu po 15 minutach  m15 | naczynka z solą po suszeniu po 30 minutach  m30 | naczynka z solą po suszeniu po 45 minutach  m45 | naczynka z solą po suszeniu po 60 minutach  m60 | naczynka z solą po suszeniu po 75 minutach  m75 | naczynka z solą po suszeniu po 90 minutach  m90 |
| soda krystaliczna |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| itd. |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Nazwa produktu (soli) | Nr naczynka | OBLICZENIA – masa [g] | | | | | | | | Oblicz. stech.  - liczba ­*n\** |
| soli przed suszeniem  m1-m0 | soli po suszeniu po 15 min.  m15-m0 | soli po suszeniu po 30 min.  m30-m0 | soli po suszeniu po 45 min.  m45-m0 | soli po suszeniu po 60 min.  m60-m0 | soli po suszeniu po 75 min.  m75-m0 | soli po suszeniu po 90 min.  m90-m0 | wody krystali-zacyjnej  m90-m1 |
| soda krystaliczna |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| itd. |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

\* – liczba cząsteczek wody przypadająca na 1 cząsteczkę soli (np. Na2CO3∙nH2O).

**Ćwiczenie 1D. Proces wiązania zaprawy – hydratacja gipsu i cementu portlandzkiego.**

*Wykonanie i obliczenia*

Zważyć plastikowe naczynka wagowe (jednorazowe) i plastikowe patyczki do zarabiania zaprawy (oznaczone odpowiednim numerem). Następnie zważyć po 5 g gipsu i cementu na naczynkach (wynik zapisać dokładnie). Dodać po około 2,0-2,2 ml wody i zarobić plastikowym patyczkiem na gęstą masę. W razie potrzeby dodać kilka kropel wody. Zważyć uzyskaną masę wraz z naczynkiem i patyczkiem użytym do zarabiania zaprawy. Sprawdzić konsystencję. Po ok. 20-30 minutach sprawdzić jeszcze raz konsystencję. Odstawić na 1 tydzień do wysuszenia (w temperaturze pokojowej). Na przyszłych zajęciach ponownie zważyć i obliczyć % wody związanej przez zaprawę. W przypadku gipsu budowlanego obliczyć teoretyczne zapotrzebowanie wody do hydratacji gipsu palonego i porównać z uzyskanym wynikiem. Czy jest różnica, a jeśli tak, to z czego ona może wynikać.

Pomiary wykonać w dwóch powtórzeniach.

Wzór tabeli wynikowej

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Nazwa produktu (soli) | Nr naczynka | Pomiar masy [g] | | | Obliczenia masy [g] | | | % wody związanej | |
| pustego naczynka,  m0 | naczynka z produktem przed suszeniem  m1 | naczynka z produktem po suszeniu  m2 | produktu przed suszeniem | produktu po suszeniu | wody związanej | ekspery-ment | teoretycznie (tylko dla gipsu) |
| gips budowlany |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| cement |  |  |  |  |  |  |  |  | X |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

**Ćwiczenie 1E. Ocena właściwości niektórych produktów chemicznych**

*Badane produkty:* Sól ważona (NaCl), soda kalcynowana (Na2CO3), soda krystaliczna (Na2CO3 ∙ 10H2O), soda oczyszczona (NaHCO3), wapno gaszone (hydratyzowane; Ca(OH)2), węglan wapnia (CaCO3), magnezja palona (MgO), pirosiarczyn sodu (Na2S2O5), podchloryn sodu (roztwór NaClO).

*Wykonanie*

a). Wsypać do oznaczonych (ponumerowanych) próbówek po szczypcie sypkich produktów, a w przypadku podchlorynu sodu wlać około 1 ml. Dodać około 5 ml wody destylowanej. Wstrząsać zamkniętą probówkę i obserwować proces rozpuszczania się produktów. Następnie papierkiem wskaźnikowym określić pH roztworu.

b). W kolejnym etapie sprawdzić rozpuszczalność w roztworze HCl (rozcieńczonym 1:4), powoli dodając go kroplami do uzyskanych roztworów (lub zawiesin) ocenianych produktów. Obserwować ewentualne wydzielanie się gazów (UWAGA! Nie wdychać wydzielających się gazów; doświadczenie wykonać pod dygestorium). Wydzielające się gazy sprawdzić zwilżonym papierkiem jodoskrobiowym.

c). Ocena właściwości oksydoredukcyjnych podchlorynu sodu i pirosiarczynu sodu. W próbówce, do 2-3 ml wody dest. dodać 2-3 krople roztworu I2 w KI, a następnie 2-3 krople roztworu skrobi. Zapisać zmianę barwy. Następnie do mieszaniny wkroplić roztwór podchlorynu sodu do zmiany barwy. Zapisać obserwacje, równania reakcji i wyciągnąć wnioski. Test wykonać również z roztworem pirosiarczynu sodu.