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 3**

**Badanie przebiegu głównych reakcji zachodzących podczas procesów przetwarzania surowców chemicznych**

Celem ćwiczenia jest obserwacja przebiegu niektórych procesów chemicznych zachodzących podczas produkcji gipsu palonego (ćw. 3A), karbonizacji solanki amoniakalnej i kalcynacji (proces Solvaya, ćw. 3B), lasowania wapna (ćw. 3C), wraz z ich ilościową interpretacją.

**Ćwiczenie 3A. Proces produkcji gipsu palonego**

*Wstęp*

Gips naturalny jest to dwuwodny siarczan(VI) wapnia CaSO4∙2H2O, natomiast gips palony jest to półwodny siarczan(VI) wapnia o wzorze CaSO4∙0,5H2O lub 2CaSO4∙H2O (nazwy systematyczne to odpowiednio: siarczan(VI) wapnia – woda 1/2 oraz siarczan(VI) wapnia – woda 2/1)

Gips palony wykorzystywany jest jako materiał budowlany (gładzie i szpachle gipsowe, płyty kartonowo-gipsowe itp.).

Proces produkcji gipsu palonego polega na częściowej dehydratacji gipsu (surowego) poprzez ogrzewanie go w temperaturze 120-140 oC przez określony czas. Reakcja dehydratacji:

CaSO4∙2H2O → CaSO4∙0,5H2O + 1,5H2O↑

Do dodaniu wody do gipsu palonego tworzy on półpłynną zaprawę, która stopniowo twardnieje, co wykorzystuje się w budownictwie, sztuce, przemyśle itp. Zachodzi wtedy reakcja odwrotna (hydratacja):

CaSO4∙0,5H2O + 1,5H2O → CaSO4∙2H2O

***Doświadczenie***

*Odczynniki i sprzęt:*

- dwuwodny siarczan(VI) wapnia (gips)

- naczynka wagowe

- suszarka laboratoryjna

*Wykonanie i obliczenia*

Zważyć 3 ponumerowane naczynka wagowe wraz z przykrywkami (trzy powtórzenia analityczne). Odważyć do nich po 1-1,1 g gipsu CaSO4∙2H2O (zapisać dokładną masę naczynek z gipsem wraz z przykrywkami). Wstawić otwarte naczynka do rozgrzanej do temperatury 130 oC suszarki laboratoryjnej (w laboratorium 112T). Po 15-20 minutach od wstawienia, naczynka zamknąć, wyciągać i schłodzić w eksykatorze, a następnie zważyć (masa naczynka z gipsem palonym wraz z przykrywką). Po tym, naczynka wstawić do suszarki i odczekać kolejne 15-20 minut. Cykl powtarzać do ustalenia masy (minimum 4 cykle). Wyniki zestawić w tabeli i wykonać wykres zależności względnej zmiany masy gipsu od czasu trwania prażenia. Obliczyć średnią różnice masy (Δm) i odchylenie standardowe (SD). SD zaznaczyć na wykresie w postaci tzw. „wąsów”, a wartości jednostkowe (Δmi) i średnie (Δmśr) – jako punkty.

Wyciągnij wnioski. Zapisz równania reakcji.

Wzór tabeli

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Czas prażenia,t [min.] | Nr naczynka | Pomiar masy [g] | Obliczenia |
| pustego naczynka, m0 | naczynka z gipsem przed prażeniem m1 | naczynka z gipsem po prażeniu m2 | masa gipsu przed prażeniem [g] m3= m1 – m0 | masa gipsu palonego [g]m4 = m2 – m0 | Procentowa ubytek masy gipsu [%]Δmi =(m3–m4)∙100 | Δmśr  | SD |
| 20 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
| itd. |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

 Przykład graficznego przedstawienia wyników z wykorzystaniem programu MS Excel.

**Ćwiczenie 3B. Proces produkcji sody metodą Solvaya. Procesy karbonizacji i kalcynacji**

*Wstęp*

Proces Solvaya jest najważniejszą metodą produkcji węglanu sodu, powszechnie stosowana na całym świecie. Koncepcja Solvaya opiera się na wykorzystaniu szeregu reakcji chemicznych naturalnych surowców chemicznych prowadzących do wytworzenia Na2CO3. Surowcami są NaCl i CaCO3.

Główne reakcje:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| L.p. | **Równanie reakcji** | **Etap produkcyjny**  |
| 1. | CaCO3 → CaO + CO2 | Wypalanie wapienia |
| 2. | CaO + H2O → Ca(OH)2 | Lasowanie wapna |
| 3. | 2NaCl + 2NH3 + 2CO2 + 2H2O ↔ 2NaHCO3**↓** + 2NH4Cl | - Absorpcja NH3 w solance- **Karbonizacja** |
| 4. | 2NaHCO3 → Na2CO3 + CO2 + H2O | **Kalcynacja** |
| 5. | 2NH4Cl + Ca(OH)2 → 2NH3 + 2H2O + CaCl2 | Odzyskiwanie NH3 (destylacja) |
| Σ | *CaCO3 + 2NaCl = Na2CO3 + CaCl2**(zapis sumaryczny w/w reakcji)* |

*Wykonanie i obliczenia*

**a). Obserwacje termiczno-ciśnieniowe karbonizacji**.

Proces całkowitego nasycania solanki amoniakalnej (NaCl + NH3aq) ditlenkiem węgla (CO2) zwany **karbonizacją** jest długotrwały. Dlatego też, w ramach doświadczenia, wykonać wersję uproszczoną, mającą na celu zaobserwowanie efektów cieplnych i zmian ciśnienia bez oczekiwania na wytrącanie NaHCO3. Doświadczenie wykonywać pod dygestorium, ze względu na ulatniający się amoniak.

Najpierw przygotować nasyconą solankę amoniakalną. W tym celu odmierzyć 50 ml 12% wodnego roztworu amoniaku oraz odważyć 14,2 g NaCl (soli ważonej). Wymieszać obie substancje w butelce z nakrętką, aż do całkowitego rozpuszczenia się soli. W razie potrzeby użyć wytrząsarki lub mieszadła magnetycznego. Wykonać pomiar temperatury solanki. Wynik zapisać.

Następnie wypełnić butelkę PET ditlenkiem węgla korzystając z wytwornicy CO2. Do kolby wytwornicy nasypać ok. 3 łyżki granulowanego wapienia (wapna węglanowego), wkroplić ok. 1 ml oleju (jako antyspieniacza). Zamknąć układ. Końcówkę węża wytwornicy umieścić blisko dna butelki. Otworzyć górny korek i dodać porcję rozcieńczonego HCl (1:1 stęż./woda), natychmiast zatkać korkiem. Po chwili zamieszać kolbą. Obserwuje się silne burzenie się mieszaniny. Potem czynność powtórzyć. Po około 5 minutach butelka wypełni się CO2. UWAGA! Bezwzględnie pracować w okularach ochronnych i przy przysłoniętej szybie dygestorium. Kwas może pryskać!

Ostatni etap to przeprowadzenie karbonizacji solanki amoniakalnej. W tym celu dodać przygotowany wcześniej roztwór solanki amoniakalnej do butelki z CO2 i szybko ją zamknąć. Obserwować przez chwilę. Następnie ręcznie wytrząsać mieszaninę i zanotować obserwacje. Po zakończeniu reakcji, odkręcić butelkę i delikatnie wprowadzić termometr i zmierzyć temperaturę cieczy. Wynik zapisać.

**b). Badanie kinetyki kalcynacji i opis ilościowy**

Zważyć 3 ponumerowane naczynka wagowe wraz z przykrywkami (trzy powtórzenia analityczne). Odważyć do nich po 2-2,1 g wodorowęglanu sodu (sody oczyszczonej) NaHCO3 (zapisać dokładną masę naczynek z sodą wraz z przykrywkami). Wstawić otwarte naczynka do rozgrzanej do temperatury 130 oC suszarki laboratoryjnej (w laboratorium 112T). Po 15 minutach od wstawienia, naczynka zamknąć, wyciągać i schłodzić w eksykatorze, a następnie zważyć (masa naczynka z sodą po ogrzewaniu wraz z przykrywką). Po tym, naczynka wstawić do suszarki i odczekać kolejne 15 minut. Cykl powtarzać do ustalenia masy (minimum 4 cykle).

Wyniki zestawić w tabeli i wykonać wykres zależności względnej zmiany masy sody od czasu trwania prażenia. Obliczyć średnią różnicę masy (Δm) i odchylenie standardowe (SD). SD zaznaczyć na wykresie w postaci tzw. „wąsów”, a wartości jednostkowe (Δmi) i średnie (Δmśr) – jako punkty. Wyciągnij wnioski. Zapisz równania reakcji.

W celu usprawnienia pracy na zajęciach, pomiary kinetyki kalcynacji można wykonać razem z pomiarami procesu prażenia gipsu.

Wzór tabeli

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Czas prażenia,t [min.] | Nr naczynka | Pomiar masy [g] | Obliczenia |
| pustego naczynka, m0 | naczynka z sodą oczyszczona przed prażeniem m1 | naczynka z sodą po prażeniu m2 | masa sody przed prażeniem [g] m3= m1 – m0 | masa sody kalcynowanej [g]m4 = m2 – m0 | Procentowa ubytek masy sody [%]Δmi =(m3–m4)∙100 | Δmśr  | SD |
| 15 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
| itd. |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

**Ćwiczenie 3C. Proces lasowania wapna palonego (produkcja wapna gaszonego)**

*Wstęp*

Wapno gaszone to inaczej wodorotlenek wapnia Ca(OH)2. Jest najtańszą zasadą. Stosowany powszechnie w budownictwie, przemyśle, rolnictwie itp. Jego produkcja opiera się na procesie hydratacji (tzw. gaszeniu) tlenku wapnia CaO (wapna palonego).

CaO + H2O → Ca(OH)2

 Z kolei wapno palone wytwarzane jest poprzez wysokotemperaturowe wypalanie wapieni CaCO3.

CaCO3 → CaO + CO2 ↑

Odczynniki i sprzęt:

- Tlenek wapnia CaO cz.d.a.

- woda destylowana (o temperaturze pokojowej)

- naczynka wagowe, probówki, termometr, bagietki szklane, łopaki, pipeta automatyczna

*Wykonanie.*

***a). Ilościowa ocena hydratacji CaO.***

Zważyć 4 ponumerowane małe szklane naczynka wagowe wraz z przykrywkami. Odważyć do nich po 1 g CaO (zapisać dokładną masę naczynka z CaO). Następnie dodaj do dwóch naczynek z CaO podwójną ilość wody niż wynikałoby to z obliczeń, tzn. 0,6 ml/g, a do kolejnych dwóch – ośmiokrotnie więcej (2,4 ml/g). Użyj do tego celu pipety automatycznej (gęstość wody 1,0 g/ml). Wodę wkraplaj bezpośrednio na CaO, tak aby substancje te mogły ze sobą przereagować.

Naczynka ponownie zważ, wstaw do suszarki i susz do stałej masy (minimum 30 min.). Po tym czasie naczynka zamknąć, wyciągnąć i schłodzić w eksykatorze, a następnie zważyć. Podczas suszenia powinna odparować woda, która nie została związana chemicznie.

Wyniki zestawić w tabeli. Obliczyć teoretyczną masę wapna gaszonego (na podstawie zależności stechiometrycznych), którą powinno się uzyskać i porównać z wynikami ważenia próbek. Obliczyć odchylenie standardowe (SD) średniej z 2 pomiarów oraz błąd względny danych teoretycznych w odniesieniu do wyników doświadczenia (dla każdego pomiaru osobno).

***b). Badanie efektów cieplnych gaszenia wapna.***

Odważ 3 g CaO i wsyp do próbówki szklanej. Zmierz temperaturę wapna, a następnie wody destylowanej (w zlewce). Użyj termometru ze skalą >100 oC. Termometr wytrzyj bibułą do sucha. Następnie do próbówki z wapnem palonym dodaj ok. 1,8 ml wody (=0,6 ml/g). Po dodaniu wody do wapna palonego mieszaninę wymieszaj bagietka szklaną i wstaw termometr do uzyskanej masy. Zanotuj temperaturę mieszaniny wapna palonego z wodą.

Procedurę powtórz, z większą ilością wody (3 g CaO + 7 ml wody) uzyskując ciasto wapienne oraz w trzecim wariancie – porównawczo z wykorzystaniem wapna gaszonego i wody (3 g Ca(OH)2 + 1,8 ml wody).

Wyniki i obserwacje zestaw w tabelach i wyciągnij wnioski. Zapisz równania reakcji.

Wzory tabel

Tabela 1. Wyniki pomiarów masy i wstępne obliczenia stechiometryczne

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Wariant | Nrnaczynka | Pomiar masy [g] | Obliczenia wstępne | Pomiar masy [g] |
| pustego naczynka,m0 | naczynka z CaO,m1 | Masa CaO [g],m2 = m1-m0 | Dodana objętość wody, VH2O [ml] | naczynka z wapnem i wodą przed suszeniemm3 = m2 + mH2O | naczynka z wapnem i wodą po wysuszeniu,m4 |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

Tabela 2. Obliczenia końcowe

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Wariant | Nrnaczynka | Obliczenia |
| Masa wapna gaszonego przed suszeniem [g]m5 = m3 – m0 | Masa wapna gaszonego wyszuszonego [g]m6 = m4 – m0 | Teoretyczna masa Ca(OH)2 (stechiometr.), m7 [g] | Błąd względny,δmi =|m7-m6|/m7 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  | SD = |  |  |

Tabela 3. Efekty cieplne gaszenia wapna

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Wariant | Stosunek masy | Temperatura [oC] | Uwagi, obserwacje |
| CaO | – |  |  |
| H2O | – |  |  |
| CaO + H2O | 1 g + 0,6 g |  |  |
| CaO + H2O |  |  |  |
| Ca(OH)2 + H2O |  |  |  |