TECHNOLOGIA CHEMICZNA
LABORATORIUM

DZIAŁ: KATALIZA, ADSORPCJA
ĆWICZENIE HT: Otrzymywanie materiałów hydrotalkitowych [WYKONANIE ĆWICZENIA]

opracowanie: A.W.

CEL ĆWICZENIA:

Otrzymywanie adsorbentów (lub katalizatorów) na przykładzie współstrącania podwójnego mieszanego wodorotlenku (hydrotalkitu)

ZAKRES OBOWIĄZUJĄCEGO MATERIAŁU:

Budowa hydrotalkitów i ich właściwości (np. właściwości kwasowo-zasadowe, wymiana jonowa), mieszane tlenki pochodzenia hydrotalkitowego, „efekt pamięci", zastosowania omawianych materiałów.

WYKONANIE ĆWICZENIA:

SPRZĘT I ODCZYNNIKI:

wypożyczyć:
zlewki (500 ml i 100 ml)
tryskawka

na stanowisku pomiarowym (sala 405):

ODCZYNNIKI:

$Mg(NO_3)_2 \cdot 6\ H_2O$ (m.cz.: 256.41)
$Al(NO_3)_3 \cdot 9\ H_2O$ (m.cz.: 375.15)
$Fe(NO_3)_3 \cdot 9\ H_2O$ (m.cz.: 404.00)
Na_2CO_3 (m.cz.: 105.99)
ew. inne sole wyznaczone przez prowadzącego
1 M roztwór NaOH
woda destylowana
roztwory buforowe do kalibracji pH-metru

aceton do zmywania napisów

SPRZĘT:

mieszadło magnetyczne z płytą grzejną + magnes
pH-metr
cylinder miarowy (~200 ml)
2 rozdzielacze
3 łapy
lejek Büchnera + kolba próżniowa z tubusem
sączek średni
pompka wodna
waga techniczna
parowniczka
suszarka

PRZEBIEG SYNTEZY:

1. OBLICZENIA, PRZYGOTOWANIE ROZTWORÓW:

Zapisać wzór hydrotalkitu o składzie zadanym przez prowadzącego (lub ustalonym z pozostałymi grupami).

PRZYKŁAD:
DANE: $x = M^{III}/(M^{II}+M^{III})$, $M^{II}/M^{III} = 2$, $M^{II} = Mg^{2+}$, $M^{III} = Al^{3+}$, $A^{n-} = CO_3^{2-}$, ilość cząsteczek wody międzywarstwowej = n.

ROZWIĄZANIE:
$Mg_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2(CO_3^{2-})_{0.165} * n\ H_2O$, x = 0.33

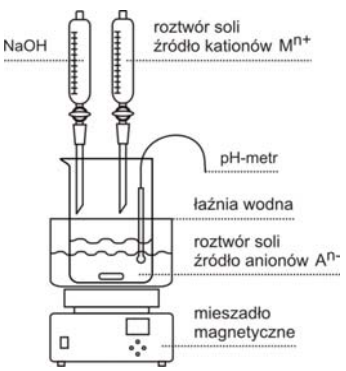
Obliczyć ilość odczynników potrzebnych do otrzymania **5 g** hydrotalkitu o zadanym wcześniej składzie (w obliczeniach nie uwzględniamy wody międzywarstwowej). Do obliczonej naważki węglanu doliczyć 25 % nadmiaru.
Na podstawie obliczeń zważyć na wadze technicznej odpowiednie ilości Na_2CO_3 oraz azotanów. Węglan rozpuścić w zlewce o poj. 500 ml, tak aby otrzymać roztwór 0.1 M, natomiast azotany metali rozpuścić razem (zlewka poj. 100 ml), aby otrzymać roztwór 1 M kationów.

2. PRZYGOTOWANIE ZESTAWU DO SYNTEZY HYDROTALKITU:

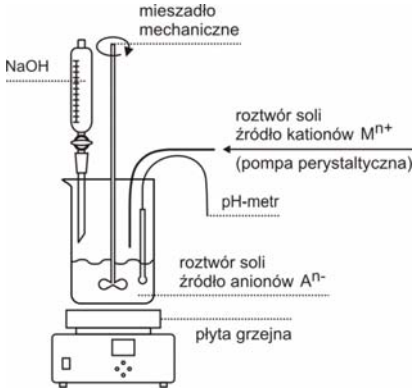
Z dostępnych elementów zestawić układ do syntezy zgodnie z jednym z przedstawionych poniżej schematów (rys. 1.). Skalibrować elektrodę korzystając z 3 roztworów buforowych (jeżeli elektroda była przechowywana w stężonym roztworze KCl, uprzednio należy ją wymoczyć przez około 15 minut w wodzie destylowanej).

3. STRĄCANIE HYDROTALKITU:

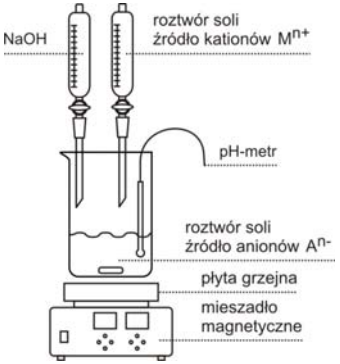
Do jednego z rozdzielaczy przenieść 1 M roztwór NaOH, natomiast do drugiego przygotowany roztwór azotanów metali. Zlewkę z roztworem węglanu ogrzać (najlepiej do 60°C – w czasie syntezy skontrolować temperaturę) i dodawać kroplami, w sposób jednostajny, roztwór azotanów. Współstrącanie należy prowadzić przy pH = 10.0 ± 0.2 dodając niewielkie porcje roztworu NaOH, aż do wyczerpania roztworu azotanów. Po zakończeniu strącania zawiesinę pozostawić na 30 minut do krystalizacji, mieszaną i ogrzewaną.



B.



A.

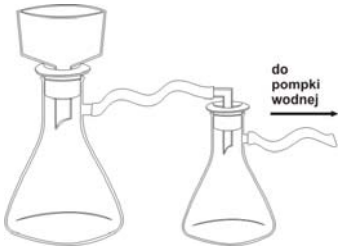


C.

rys. 1.
Przykłady zestawów do syntezy hydrotalkitów.

4. SĄCZENIE, PŁUKANIE, SUSZENIE OSADU:

Osad przesączyć na lejku Büchnera na średnim sączku (rys. 2.), przemyć ok. 2-krotnie większą objętością ciepłej wody destylowanej (ogrzać na palniku), przełożyć do parowniczki. Suszyć w suszarce w temperaturze 100°C przez ok. 18 h. Wysuszoną próbkę hydrotalkitu zważyć, rozetrzeć w moździerzu, podzielić na 2 części (2:1), zapisać wszystkie masy (powyższe czynności na wysuszonej próbce można wykonać pomiędzy ćwiczeniami lub bezpośrednio przed ćwiczeniem „Usuwanie fenolu z wody za pomocą materiałów hydrotalkitowych”).



rys. 2. Poprawnie zmontowany zestaw do sączenia próżniowego.

UWAGA: kolejny etap syntezy dotyczy otrzymywania mieszanych tlenków pochodzenia hydrotalkitowego – należy wykonać go na początku ćwiczenia „Usuwanie fenolu z wody za pomocą materiałów hydrotalkitowych”.

5. OTRZYMYWANIE MIESZANYCH TLENKÓW pochodzenia hydrotalkitowego:

Większą porcję wysuszonego utartego hydrotalkitu przenieść do tygla i skalcynować (rozłożyć przy wolnym dostępie powietrza w piecu, w temperaturze 500° C przez 15 minut). Zważyć próbkę po kalcynacji. Obliczyć ubytek masy.

ZASADY BEZPIECZEŃSTWA, ODPADY:

Należy zachować ostrożność przy pracy z odczynnikami. W czasie ćwiczeń obowiązuje odzież ochronna i okulary.

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

Przedstawić przebieg syntezy, podając wszystkie parametry, które mogły mieć wpływ na wydajność syntezy (np. zbyt niskie pH powoduje nieilościowe strącanie Mg^{2+}, zbyt wysokie pH – wypłukiwanie wytrąconego Al^{3+}) oraz czystość otrzymanego materiału (np. zbyt duże wahania pH lub brak efektywnego mieszania powodującego gradienty stężeń w zlewce reakcyjnej – nierównomierne wytrącanie wodorotlenków prowadząca do segregacji faz). Uzasadnić dlaczego pH = 10.0 jest optymalne dla strącania hydrotalkitu magnezowo-glinowego. Na podstawie ubytku masy w kalcynacji obliczyć wydajność syntezy.

Do zebrania wyników i przygotowania sprawozdania bezpośrednio na laboratorium wykorzystać tabelę udostępnioną w materiałach dodatkowych: „**arkusz wyników**”.

CZAS TRWANIA PRACOWNI (w zależności od sprawności wykonania):

Obliczenia – nie więcej niż 30 minut; przygotowanie stanowiska, roztworów itp. – ok. 30 minut; współstrącanie – ok. 30 minut; krystalizacja – ok. 30 minut; sączenie, sprzątanie stanowiska – ok. 30-40 minut.
W przerwie na krystalizację należy opracować bieżącą część sprawozdania.