

Úloha 9 – Příprava barevných pigmentů

Úkol 1: Spinelové barvivo

Úvod:

Rovnica prebiehanej reakcie: $\text{CoCO}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{CoAl}_2\text{O}_4 + \text{CO}_2$

Reakcia prebiehala v tuhej fáze pri teplote 1000 °C jednu hodinu v žihacej peci. Vysoká teplota je potrebná kvôli zabezpečeniu dostatočnej rýchlosti reakcie, pretože reaktanty ostávajú tuhé a k vzájomnej reakcii dochádza len na povrchu zrn. Preto bolo treba východiskovú zmes homogenizovať v trecej miske. Výsledný produkt – oxid hlinito-kobaltnatý – má štruktúru typu spinelu.

Výpočet pomeru reaktantov vo východzej ekvimolárnej zmesi s hmotnosťou 2,00 g:

$$m_{\text{CoCO}_3} = m_{\text{zmes}} \cdot \frac{M_{\text{CoCO}_3}}{M_{\text{CoCO}_3} + M_{\text{Al}_2\text{O}_3}} = 2,00 \cdot \frac{118,942}{118,942 + 101,961} = 1,077 \text{ g}$$

$$m_{\text{Al}_2\text{O}_3} = m_{\text{zmes}} \cdot \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{M_{\text{CoCO}_3} + M_{\text{Al}_2\text{O}_3}} = 2,00 \cdot \frac{101,961}{118,942 + 101,961} = 0,923 \text{ g}$$

Aparatúra:

Na homogenizáciu reaktantov som použil treciu misku s roztieradlom – obr. 1

Samotná reakcia prebiehala v porcelánovom kelímku v peci.

Postup práce:

Do trecej misky som navážil 1,08 g CoCO_3 a 0,93 g Al_2O_3 . Po dôkladnom rozotrení a homogenizácii som zmes preniesol do porcelánového kelímka a umiestnil do pece s nastaveným žihacím programom 1000 °C jednu hodinu. Zohrievanie pece aj chladnutie trvalo pol hodiny. Keď teplota klesla na 450°C, kelímok som vybral a nechal vychladnúť. Produkt som následne vysypal na vopred odvážené hodinové sklíčko.

Výťažok:

Výpočet teoretického výťažku:

$$m_{\text{CoAl}_2\text{O}_4} = m_{\text{CoCO}_3} \cdot \frac{M_{\text{CoAl}_2\text{O}_4}}{M_{\text{CoCO}_3}} = 1,08 \cdot \frac{176,894}{118,942} = 1,61 \text{ g}$$

Praktický výťažok bol:

$$m = m_{\text{hodinové sklo s produktom}} - m_{\text{hodinové sklo}} = 57,87 \text{ g} - 56,23 \text{ g} = 1,64 \text{ g}$$

V percentách:

$$\frac{1,64 \text{ g}}{1,61 \text{ g}} = 102 \%$$

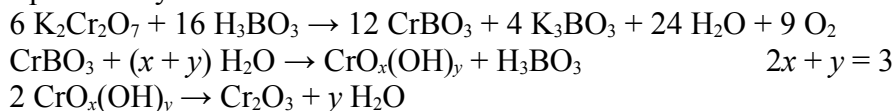
Záver: Produkt mal očakávané tmavomodré sfarbenie. Výťažok nad 100% bol spôsobený zrejme neúplným uvoľnením oxidu uhličitého prípadne čiastočnou oxidáciou vzdušným kyslíkom a vznikom oxidu kobaltitého. V každom prípade pri reakcii v tuhej fáze nemôžeme očakávať kvantitatívny priebeh a získaný výsledok je v tomto smere veľmi dobrý.

Úloha 9 – Příprava barevných pigmentů

Úkol 2: Guinetova (smaragdová zeleň)

Úvod:

Rovnice prebiehaných reakcií:



Prvá reakcia prebiehala v porcelánovom kelímku žíhanom v plameni kahana. Reakčná zmes sa roztavila a to umožnilo rýchlejší priebeh reakcie. Pri reakcii nastával vývoj plynov – kyslíka a vodnej pary. Použil sa značný nadbytok kyseliny boritej kvôli dosiahnutiu čo najvyššieho percenta konverzie šesťmocného chrómu na trojmocný.

Druhá reakcia – hydrolýza chromitej soli – prebiehala vo vriacej vode. Jej uskutočniteľnosť bola podmienená najmä malou kyslosťou kyseliny boritej.

Tretia reakcia slúžila na analýzu vzniknutého farbiva. Vysoká reakčná teplota – nad 500 °C (o čom sa dalo usudzovať podľa červeného žiaru kelímka) umožnila odstrániť aj posledné zbytky vody.

Aparatúra:

Na prvú reakciu bol použitý porcelánový kelímok zohrievaný v plameni Bunsenovho kahana na porcelánovom triangli. Tento kelímok bol následne ponorený do 300 ml vriacej vody v 800 ml kadičke zohrievanej na azbestovej sieťke plynovým kahanom. Na odsatie produktu som použil Büchnerov lievnik s vloženým filtračným papierom.

Na tretiu reakciu bol použitý malý porcelánový kelímok a malý porcelánový triangel žíhaný v plameni Bunsenovho kahana. Bol potrebný tiež exsikátor s tuhým hydroxidom sodným na uloženie kelímka počas chladnutia. Kelímok sa následne vážil na elektronických analytických váhach s presnosťou na 4 desatinné miesta.

Postup práce:

V trecej miske som rozotrel 1,00 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a 3 g H_3BO_3 . Rozotretú zmes som žíhal v porcelánovom kelímku, počas ktorého dochádzalo k vývoju plynov a po skončení vývoja ešte 10 minút. Následné vylúhovanie a rozklad medziproduktu prebiehalo 5 minút v 300 ml vriacej vody v kadičke. Produkt som odsal na Büchnerovom lievniku a premyl 100 ml vody a 20 ml etanolu. Potom som ho preniesol na vopred odvážené hodinové sklo a nechal v sušiarňi 10 min pri 100 °C.

Malý porcelánový téglík som vyžíhal do konštantnej hmotnosti (3x), odvážil a dal som do neho 204,8 mg produktu (vypočítané z prírastku hmotnosti po pridaní približne 200 mg produktu). Ten som žíhal 20 min, odvážil a potom ešte žíhal 10 min a znova odvážil.

Výsledky:

Hmotnosť pripraveného farbiva:

$$m = m_{\text{hodinové sklo s produktom}} - m_{\text{hodinové sklo}} = 56,58 \text{ g} - 56,23 \text{ g} = 0,35 \text{ g}$$

Hmotnosti kelímka po jednotlivých žíhaniach: 14,2867 g; 14,2860 g; 14,2859 g

Hmotnosť návažku na žíhanie:

$$m = m_{\text{kelímok s produktom}} - m_{\text{kelímok}} = 14,4907 \text{ g} - 14,2859 \text{ g} = 0,2048 \text{ g}$$

Hmotnosť vzniknutého oxidu chromitého (Hmotnosť kelímka po prvom žíhaní 14,4437 g; po druhom 14,4430 g):

$$m = m_{\text{kelímok s Cr}_2\text{O}_3} - m_{\text{kelímok}} = 14,4430 \text{ g} - 14,2859 \text{ g} = 0,1571 \text{ g}$$

Výpočet koeficientov x a y z nameraných hmotností:

$$\frac{2}{1} = \frac{n_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y}}{n_{\text{Cr}_2\text{O}_3}} = \frac{m_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y} \cdot M_{\text{Cr}_2\text{O}_3}}{M_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y} \cdot m_{\text{Cr}_2\text{O}_3}} = \frac{m_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y}}{m_{\text{Cr}_2\text{O}_3}} \cdot \frac{2 \cdot M_{\text{Cr}_2\text{O}_3}}{M_{\text{Cr}_2\text{O}_3} + y M_{\text{H}_2\text{O}}}$$

$$\frac{M_{\text{Cr}_2\text{O}_3} + y M_{\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{Cr}_2\text{O}_3}} = \frac{m_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y}}{m_{\text{Cr}_2\text{O}_3}}$$

$$y = \frac{\left(\frac{m_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y}}{m_{\text{Cr}_2\text{O}_3}} - 1 \right) \cdot M_{\text{Cr}_2\text{O}_3}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{\left(\frac{0,2048}{0,1571} - 1 \right) \cdot 151,9904}{18,015} = 2,56$$

$$x = \frac{3 - y}{2} = \frac{3 - 2,56}{2} = 0,22$$

Ak chceme zo získaných koeficientov vytvoriť vzorec s celými čo najmenšími koeficientami, najbližšie sú tieto dve možnosti: $\text{Cr}_5\text{O}_{13}(\text{OH})$ a $\text{Cr}_4\text{O}_{10}(\text{OH})$.

Zo získaných koeficientov môžeme určiť teoretický výtťažok:

$$m_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y} = m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot \frac{2 M_{\text{CrO}_x(\text{OH})_y}}{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}} = m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot \frac{M_{\text{Cr}_2\text{O}_3} + y M_{\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}} = 1,00 \cdot \frac{151,9904 + 2,56 \cdot 18,015}{294,184} = 0,67 \text{ g}$$

Praktický výtťažok v percentách:

$$\frac{0,34 \text{ g}}{0,67 \text{ g}} = 51 \%$$

Záver:

Nízky výtťažok je dôsledkom malého podielu šesťmocného chrómu zredukovaného na trojmocný. Dichróman je totiž pomerne stabilná zlúčenina a kyselina boritá túto stabilitu dostatočne neoslabila. Príčinou však môže byť aj nižšia dosiahnutá teplota, bol totiž použitý len obyčajný Bunsenov kahan a reakčný kelímok mal pomerne veľké rozmery.