

## Ćwiczenie nr 4.1 Oznaczanie procentowej zawartości tlenku wapnia w cemencie portlandzkim

### Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest utrwalenie wiedzy o podstawowym spoiwie budowlanym – cemencie, jego składzie chemicznym, mineralogicznym i fazowym a także zapoznanie się z metodą analizy składu cementu i jedną z metod ilościowej analizy chemicznej – miareczkowaniem kompleksometrycznym.

Studenci w trakcie ćwiczenia :

- rozpuszczają cement w kwasie solnym i nadchlorowym
- metodą filtracji oddzielają krzemionkę od pozostałych składników cementu
- metodą miareczkowania oznaczają zawartość tlenku wapnia w cemencie
- przygotowują roztwór do dalszej analizy cementu

### Aparatura i odczynniki:

- zlewka 100 cm<sup>3</sup>,
- zlewka 250 cm<sup>3</sup>,
- 3 kolby stożkowe,
- 1 kolba miarowa 250 cm<sup>3</sup>,
- lejek analityczny,
- pipeta jednomiarowa 25 cm<sup>3</sup>,
- pipeta wielomiarowa 10 cm<sup>3</sup>,
- cylinder, pręcik szklany, szkiełko zegarkowe,
- kuchenka elektryczna,
- kwas solny roztwór 1:1, kwas nadchlorowy stężony,
- 10% roztwór trójetanoloaminy, 3M roztwór NaOH, kalces, miazga celulozowa,
- sączki filtracyjne miękkie Ø 110 mm,
- plastikowy pojemniczek na sączek z osadem

### Wykonanie ćwiczenia:

Ćwiczenie składa się z 3 części:

#### **1. Roztworzenie cementu . Przygotowanie próbki do analizy.**

##### **WAŻNE:**

- Wszystkie operacje ze stężonymi kwasami wykonujemy pod dygestorium.
- Nigdy nie manipulujemy dozownikiem zanim naczynie nie zostanie umieszczone pod wylotem dozownika.
- Zlewki z dodanym stężonym kwasem nie wynosimy poza obręb dygestorium .
- Odważyć na wadze elektronicznej ok. 400 mg cementu podanego przez prowadzącego (użyć albo papierową szalkę albo szkiełko zegarkowe), wielkość naważki zanotować w sprawozdaniu, z dokładnością 1 mg.
- Przesypać odważony cement do zlewki 250 cm<sup>3</sup> .

# Ćwiczenie nr 4.1 Oznaczanie procentowej zawartości tlenku wapnia w cemencie portlandzkim

- Za pomocą dozownika (na butelce) dodać do cementu  $10 \text{ cm}^3$  roztworu 1:1 kwasu solnego.
- Za pomocą pręcika szklanego (bagietki) wymieszać dobrze cement z kwasem tak aby całkowicie się rozpuścił, pozostawić pręcik w zlewce, zlewkę ustawić na płytce grzejnej (kuchence elektrycznej)
- Kiedy kwas w zlewce zacznie parować, ostrożnie zdjąć zlewkę z kuchenki elektrycznej, dodać kwas ( $10 \text{ cm}^3$ ) nadchlorowy, całość wymieszać i postawić ponownie na płycie kuchenki elektrycznej.
- Ogrzewać roztwór cement przez ok. 30 minut do odparowania kwasu, tak aby w zlewce pozostały jedynie galaretowate wytrącenia krzemionki. Roztwór może lekko wrzeć. Momentem sygnalizującym bliskie zakończenie procesu odparowania jest pojawienie się intensywnych białych dymów. Nie należy doprowadzać do „przypalenia” osadu, lepiej aby zostało w zlewce trochę cieczy niż gdyby osad się „przypalił”.
- Przy użyciu rękawicy, zdjąć zlewkę z kuchenki i postawić obok pod dygestorium.
- Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym (szkiełko kładziemy stroną wypukłą do dołu) i poczekać aż całość ostygnie.
- Za pomocą tryskawki, nie wyjmując zlewki spod dygestorium, obmyć nad zlewką szkiełko zegarkowe wodą destylowaną i uzupełnić poziom do ok.  $50 \text{ cm}^3$ . Szkiełko odstawić na stanowisko, zabrać zlewkę spod dygestorium i intensywnie mieszać roztwór przez ok. 5 minut do rozdrobnienia, roztarcia osadu.
- Poprosić prowadzącego o dodanie ok.  $0,5 \text{ cm}^3$  miazgi celulozowej, mieszać jeszcze przez 1 min.
- Za pomocą tryskawki opłukać nad zlewką szklany pręcik, tak aby drobiny osadu spłynęły do środka. Odstawić pręcik na stanowisko i spłukać tryskawką cały osad ze ścianek zlewki, starać się nie przekroczyć poziomu  $100 \text{ cm}^3$ . Odstawić zlewkę na bok i poczekać aż osad opadnie na dno zlewki (1-2 minuty).

## 2. Separacja krzemionki od pozostałych składników cementu.

- Według instrukcji prowadzącego, przygotować sącdek i umieścić w lejku analitycznym. Sącdek powinien być zwilżony wodą destylowaną i ściśle przylegać do ścianek lejka.
- Podstawić pod lejek kolbę miarową  $250 \text{ cm}^3$ .
- Przesączać do kolby miarowej roztwór cementu wlewając do sączka najpierw roztwór z osadu, a następnie spłukując za pomocą tryskawki dokładnie cały osad do sączka. Przepłukać dwukrotnie osad w sączku wodą destylowaną.
- Po zakończeniu sączenia wyjąć spod lejka kolbę miarową, uzupełnić wodą destylowaną do nominalnej objętości (do kreski) i zatkać korkiem.
- Zawartość kolby dokładnie wymieszać, obracając kolbę do góry dnem ok. 20 razy.
- Sącdek z osadem krzemionki włożyć do uprzednio podpisanego plastikowego pojemniczka i umieścić w miejscu wskazanym przez prowadzącego. Sącdek ten będzie użyty w ćwiczeniu 5.1 do wyznaczenia zawartości krzemionki w badanym cemencie i obliczenia modułów badanego cementu.

## 3. Oznaczenie zawartości tlenku wapnia w badanym cemencie.

- Za pomocą pipety jednomiarowej odmierzyć do trzech kolb stożkowych po  $25 \text{ cm}^3$  przygotowanego wcześniej roztworu cementu z kolby miarowej  $250 \text{ cm}^3$ .
- Dodać do kolb stożkowych wody destylowanej tak aby uzyskać objętość całkowitą ok.  $100 \text{ cm}^3$ , jeżeli na

# Ćwiczenie nr 4.1 Oznaczanie procentowej zawartości tlenku wapnia w cemencie portlandzkim

kolbie stożkowej nie ma skali należy dolać wody w takiej ilości aby poziom cieczy był podobny do tego jaki jest w kolbie ze skalą, można też użyć zlewki pomocniczej. Zawartość kolb wymieszać.

- Za pomocą pipety wielomiarowej dodać ko każdej kolby po  $5 \text{ cm}^3$  trójetanoloaminy (roztwór 10%), zawartość wymieszać.
- Za pomocą cylindra dodać do kolb stożkowych po  $10 \text{ cm}^3$  roztworu 3M NaOH (zasadę sodową wlewamy do cylindra bezpośrednio z butelki), zawartość wymieszać
- Dodać do każdej kolby stożkowej szczyptę (wielkość szczypty określa prowadzący) wskaźnika o nazwie kalces, całość dobrze wymieszać.
- Wyzerować biuretę (mocno ścisnąć butelkę aby napompować roztwór EDTA do poziomu powyżej 0).
- Miareczkować, mianowanym roztworem EDTA 0,025M, po kolei zawartość każdej kolby stożkowej aż do uzyskania zmiany koloru na niebieski-błękitny.
- Odczytać ze skali na biurecie wartość objętości EDTA zużytego do miareczkowania próbki. Wynik zanotować w tabeli.
- Obliczyć zawartość tlenku wapnia w cemencie zgodnie ze wzorem:

$$C = \frac{0,025 \times V_{\text{sr}} \times 56,08 \times R}{1000 \times a} \times 100\%$$

Gdzie: 0,025 stężenie molowe EDTA [ $\text{mol/dm}^3$ ]

$V_{\text{sr}}$  - średnia arytmetyczna z uzyskanych wartości objętości zużytego EDTA do miareczkowania poszczególnych próbek roztworu cementu [ $\text{cm}^3$ ]

56,08 – masa molowa tlenku wapnia [ $\text{g/mol}$ ]

R - rozcieńczenie próbki miareczkowanej (stosunek pierwotnej ilości roztworu cementu do ilości roztworu cementu użytego do miareczkowania)

1000 – przelicznik wynikający z zamiany  $\text{cm}^3$  na  $\text{dm}^3$

a - naważka cementu [g]

- Opisać kolbę miarową z pozostałym roztworem i cementu i umieścić w miejscu wskazanym przez prowadzącego. Roztwór ten będzie użyty podczas ćwiczenia 5.1 do oznaczenia zawartości tlenku żelaza w badanym cemencie.

#### 4. Przykładowe obliczenia.

Naważka cementu odważonego do badania wynosiła

$$a = 415 \text{ mg} = 0,415 \text{ g}$$

Uzyskano  $200 \text{ cm}^3$  roztworu cementu.

Do miareczkowania pobrano po  $25 \text{ cm}^3$  roztworu cementu.

Do miareczkowania trzech próbek roztworu cementu zużyto odpowiednio

$$V_1 = 20,10 \text{ cm}^3$$

$$V_2 = 20,20 \text{ cm}^3$$

# Ćwiczenie nr 4.1 Oznaczanie procentowej zawartości tlenku wapnia w cemencie portlandzkim

$V_3 = 20,20 \text{ cm}^3$   
 roztworu EDTA o stężeniu  $0,02 \text{ mol/dm}^3$ .

Średnia wartość zużytego EDTA  $V_{\text{śred}} = 20,17 \text{ cm}^3$

Zawartość CaO w miareczkowanej próbce  
 $m = 20,17 \times 0,02 \times 56,08 = 22,6 \text{ mg}$

Zawartość CaO w całej próbce roztworu cementu  
 $m_s = 22,6 \text{ mg} \times (200/25) = 180,8 \text{ mg}$

Procentowa zawartość CaO w badanym cemencie  
 $C = (180,8/415) \times 100\% = 43,57\%$

$$C = \frac{0,02 \times 20,17 \times 56,08 \times 8}{1000 \times 0,415} \times 100\% = 43,57\%$$

## 5. Arkusz sprawozdawczy

### 4.1. Oznaczanie zawartości procentowej tlenku wapnia w cemencie

	Jednostka	Oznaczenie we wzorze	Pomiar / Obliczenie
Naważka cementu	mg	a	
Objętość EDTA zużyta na miareczkowanie próbki	cm <sup>3</sup>	V <sub>1</sub>	
	cm <sup>3</sup>	V <sub>2</sub>	
	cm <sup>3</sup>	V <sub>3</sub>	
Objętość EDTA średnia	cm <sup>3</sup>	V <sub>śr</sub>	
Zawartość CaO w próbce miareczkowanej	mg	m	
Zawartość CaO w całej naważce	mg	m <sub>s</sub>	
<b>Procentowa zawartość CaO w cemencie</b>	%	<b>C</b>	