

P2 - PODSTAWY PREPARATYKI ZWIĄZKÓW NIEORGANICZNYCH

Przed przystąpieniem do wykonywania zajęć laboratoryjnych P2 należy opanować podstawy teoretyczne przedstawione poniżej, przeanalizować kolejne etapy wykonania ćwiczenia opisane w instrukcji oraz rozwiązać zadania przygotowujące.

1. Podstawy teoretyczne do opracowania:

Obliczenia w oparciu o stechiometrię reakcji

Należy przypomnieć zagadnienia związane z obliczeniami w oparciu o stechiometrię reakcji chemicznej, w tym z użyciem związków uwodnionych; znać i rozumieć pojęcia: molowy i wagowy stosunek reagentów, nadmiar molowy i wagowy. Warto skorzystać z dowolnego podręcznika omawiającego podstawy obliczeń chemicznych (np. K. Juszczyk, J. Nieniewska, *Ćwiczenia rachunkowe z chemii ogólnej*, Wydawnictwo Politechniki Warszawskiej, 1996).

Wiązania i budowa przestrzenna drobin w chlorku wapnia, siarczanie magnezu oraz szczawianach amonu, wapnia i magnezu (z uwzględnieniem hydratów); oddziaływania międzydrobinowe w fazie stałej oraz w roztworze wodnym

Przeanalizuj budowę elektronową, wiązania i budowę przestrzenną drobin występujących w związkach używanych podczas doświadczenia P2. Przeanalizuj oddziaływania międzydrobinowe w tych związkach. Zastanów się jakie właściwości drobin decydują o tworzeniu związków uwodnionych. Przeanalizuj sposób wiązania cząsteczek wody w $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. W celu przypomnienia tych zagadnień przeanalizuj materiały z wykładów z przedmiotu Chemia, a dodatkowo skorzystaj z literatury (np. A. Bielański, *Podstawy chemii nieorganicznej*, PWN, 1994 i wydania późniejsze; L. Kolditz: *Chemia Nieorganiczna*, t. 1, PWN, 1994).

Podstawowy sprzęt laboratoryjny – zlewka, cylinder miarowy, tryskawka, bagietka, szkiełko zegarkowe, lejek Büchnera, kolba ssawkowa, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, palnik gazowy oraz waga laboratoryjna.

Należy przeczytać rozdział 2.1 ze Skryptu cz. I oraz rozdział 1.3 z dokumentu Podstawy techniki pracy laboratoryjnej i zaznajomić się z funkcjami wymienionego podstawowego sprzętu laboratoryjnego.

Podstawowe operacje laboratoryjne – ważenie na wadze laboratoryjnej, zatężanie roztworów, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem oraz suszenie do stałej masy.

Należy przeczytać rozdział 2.2 ze Skryptu cz. I oraz rozdział 2.1 i 2.3 z dokumentu Podstawy techniki pracy laboratoryjnej. Proszę zwrócić szczególną uwagę na bezpieczeństwo pracy, podczas wykonywania takich czynności, jak: zatężanie roztworu, przenoszenie gorących

roztworów oraz sączenie mieszaniny poreakcyjnej pod obniżonym ciśnieniem. Proszę zapoznać się z zestawem do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem rys.2.27 (str. 16, Skrypt cz. I) i umieć wymienić oraz opisać funkcje jakie pełnią poszczególne części zestawu. Proszę zapoznać się ze sposobami suszenia preparatów do stałej masy (str. 19, Skrypt cz. I; J. Minczewski, Z. Marczenko, *Chemia analityczna*, t. 2, Wyd. Naukowe PWN, Warszawa 2001). Proszę zapoznać się z instrukcją obsługi wagi laboratoryjnej oraz zasadami poprawnego ważenia (informacje na ten temat można znaleźć w wielu ogólnodostępnych źródłach pod hasłami „techniki ważenia” i „Dobra Praktyka Ważenia”).

Wydajność procesu, sposoby zwiększania wydajności

Należy zapoznać się z pojęciem wydajność reakcji (procesu) oraz zastanowić się nad czynnikami wpływającymi na wydajność otrzymywania szczawianów wapnia i magnezu. Proszę przeanalizować wpływ rozpuszczalności szczawianów wapnia/magnezu na wydajność procesu. Przypomnij sobie zagadnienia związane z obliczeniami związanymi z równowagą osad związku trudnorozpuszczalnego – roztwór nasycony. Poszukaj w ogólnodostępnych źródłach informacji o takich pojęciach jak: „drugi rzut krystalizacyjny” oraz „starzenie osadu”. Zastanów się czy istnieje zależność pomiędzy „czystością preparatu” a wydajnością procesu?!

2. Analiza instrukcji wykonania ćwiczenia P2

Przyjmij, że otrzymujesz szczawian wapnia. Oblicz stechiometryczną ilość stałego jednowodnego szczawianu amonu jaką należy użyć w reakcji z 50 cm^3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ roztworu CaCl_2 . Przeanalizuj sposób wykonania tego doświadczenia i zastanów się nad następującymi elementami doświadczenia: w jakiej ilości wody należy rozpuścić stały szczawian amonu i jakie kryteria należy przy tym wziąć pod uwagę; w jakim naczyniu odważysz stałą sól, jak odmierzysz wodę; jak odmierzysz roztwór chlorku wapnia (czy użyjesz naczynia miarowego, czy może będziesz ważył(a) roztwór), czy będziesz ogrzewał(a) roztwór szczawianu amonu (jeśli tak, to w jakim celu); jak należy połączyć oba roztwory; czy uzyskany roztwór po zmieszaniu należy zatężyć (jeśli tak, to w jakim celu i ile wody należy odparować); jak należy chłodzić roztwór poreakcyjny i do jakiej temperatury; czym przepłukać osad po przesączeniu; w jakiej postaci krystalizuje szczawian wapnia; w jakich warunkach należy suszyć osad szczawianu; co oznacza sformułowanie – suszenie do „stałej masy” (jak je należy wykonać)?

Zastanów się jak obliczyć wydajność całego procesu, jakie czynniki mogą mieć wpływ na wydajność? Jak można zbadać czystość uzyskanego produktu syntezy?

Co się zmieni w toku wykonania ćwiczenia, jeśli na zajęciach będziesz musiał(a) otrzymać szczawian magnezu? Jakie modyfikacje można/należy wprowadzić w instrukcji wykonawczej?

3. Przykładowe zadania do samodzielnego rozwiązania

Zad. 1) W 75 cm³ wody destylowanej rozpuszczono siedmiowodny siarczan(VI) magnezu w ilości 4,26 g. Oblicz maksymalną teoretyczną masę dwuwodnego szczawianu magnezu, którą można otrzymać w reakcji ze szczawianem amonu. Oblicz, jaką masę jednowodnego szczawianu amonu należy odważyć do przeprowadzenia tej reakcji, jeżeli chcemy zastosować jego 5,0% nadmiar molowy w stosunku do ilości stechiometrycznej.

Masy molowe [g/mol]: H = 1,0; O = 16,0; Mg = 24,0; C = 12,0; N = 14,0; S = 32,1

Zad. 2) W zlewce odważono sześciowodny chlorek strontu w ilości 7,10 g i rozpuszczono go w około 100 cm³ wody destylowanej. Następnie do tego roztworu dodano 152g 4,0% roztworu szczawianu amonu i roztwór ogrzewano przez około 40 minut w celu odparowania wody. Po zakończeniu ogrzewania objętość roztworu wynosiła około 100 cm³. Po ochłodzeniu mieszaniny reakcyjnej do temperatury pokojowej (22 °C) osad oddzielono od roztworu. Otrzymany osad związku **A1** opłukano metanolem i wysuszono do stałej masy w temperaturze 80 °C. Masa soli wyniosła 4,89 g. Następnie produkt wygrzewano w temperaturze 200 °C do stałej masy. Po zakończeniu ogrzewania produkt zważono (związek **A2**), a jego masa wyniosła 4,65 g.

- Proszę podać wzór związku **A2**. Odpowiedź proszę potwierdzić stosownymi obliczeniami.
- Proszę obliczyć wydajność procesu otrzymywania związku **A1**.
- Czy wydajność ta może być zawyżona? Jeśli tak, to w jakim przypadku? Odpowiedź należy uzasadnić.
- Proszę napisać cząsteczkowe równanie reakcji otrzymywania związku **A1**.
- W jaki sposób można potwierdzić czystość otrzymanego produktu? Odpowiedź uzasadnij podając sposób wykonania takiej analizy wraz z interpretacją uzyskanych wyników.

Masy molowe [g/mol]: H = 1,008; O = 16,00; Sr = 87,62; C = 12,01; N = 14,01; Cl = 35,45

4. Zadania fakultatywne do samodzielnego rozwiązania

Zad. 1) Siarczan(VI) glinowo-potasowy (ałun glinowo-potasowy, $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) to przykład występującej naturalnie soli podwójnej, którą można w laboratorium otrzymać poprzez zmieszanie soli prostych $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ i K_2SO_4 . Do zlewki zawierającej 10,0 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ rozpuszczonego w 30 cm³ wody wprowadzono wcześniej przygotowany roztwór K_2SO_4 rozpuszczając 3,0 g bezwodnej soli w 30 cm³ wody. Z pozostawionego roztworu po tygodniu wydzielone kryształy odsączono, następnie rozpuszczono w minimalnej ilości wody i pozostawiono do krystalizacji na kolejny tydzień. Po tym czasie powstałe kryształy przesączono i wysuszono. W ten sposób otrzymano 9,51 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Oblicz wydajność reakcji otrzymywania siarczanu(VI) glinowo-potasowego.

Zad. 2) Ile miligramów jednowodnego szczawianu wapnia rozpuszcza się w 100 g wody? Podaj zastosowane uproszczenia i założenia. $pK_{\text{SO}}(\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}, 25^\circ\text{C}) = 8,6$

Zad. 3) Oszacuj wpływ rozpuszczalności szczawianu magnezu w wodzie na wydajność otrzymywania 5,0 g $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Potrzebne dane do obliczeń znajdź w literaturze.

Zad. 4) Mając do dyspozycji stop cynku z aluminium (ZnAl) oraz roztwory stężonego amoniaku, stałego wodorotlenku potasu oraz stężony kwas siarkowy(VI) zaproponuj metodę otrzymywania siarczanu(VI) glinu.

Zad. 5) Czy po zmieszaniu 20,0 cm³ roztworu chlorku cynku o stężeniu 0,02 mol z 10 cm³ 1 M kwasu szczawowego strąci się osad szczawianu cynku? $pK_{\text{SO}}(\text{ZnC}_2\text{O}_4) = 8,9$

Zad. 6) W preparatyce nieorganicznej i organicznej oprócz popularnego kwasu solnego wykorzystuje się również gazowy chlorowódz lub roztwory tego kwasu w różnych rozpuszczalnikach. Zaprojektuj układ pozwalający na wytworzenie chlorowodoru i uzyskanie nasyconego roztworu oraz zaproponuj jakie ogólnodostępne odczynniki wykorzystasz do tego celu.

Zad. 7) Jeden z podstawowych odczynników i surowiec przemysłu chemicznego – wodorotlenek sodu otrzymuje się na skalę przemysłową w wyniku elektrolizy. Zaproponuj alternatywną metodę otrzymywania niewielkich ilości NaOH w laboratorium przy wykorzystaniu prostych odczynników, ale bez użycia elektrolizy. Zapisz odpowiednie równania reakcji oraz podaj sposób postępowania i potrzebny sprzęt laboratoryjny.