

UHLIČITAN NIKELNATÝ (SRÁŽENÍ)



Připravte 5g uhličitanu nikelnatého.

Postup:

Připravíme si 10% roztok hydrogenuhličitanu sodného a zahřejeme ho téměř k varu. Za stálého míchání postupně přidáváme vypočítané množství horkého 5% roztoku síranu nikelnatého (pozor na utajený var). Asi 5 obj. % srážedla ponecháme stranou.

Sraženinou necháme usadit, do čirého roztoku nad sraženinou přidáme ještě několik kapek srážedla a pozorujeme, zda se tvoří sraženinina. Po ukončení srážení sraženinou v roztoku rozmícháme a necháme stát v teplé vodní lázni asi ½ hodiny. Větší část roztoku nad sraženinou slijeme, sraženinou dekantujeme 1x teplou vodou, odfiltrujeme, promyjeme vodou, usušíme při 80°C a zvážíme.

Pokud není k dispozici hydrogenuhličitan sodný, lze použít hydrogenuhličitan draselný nebo amonný.

PŘÍPRAVA DUSIČNANU OLOVNATÉHO

Dusičnan olovnatý se dá připravit reakcí kyseliny dusičné s olovem, oxidem olovnatým nebo uhličitanem olovnatým.

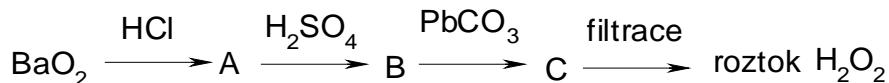


Připravte 5g dusičnanu olovnatého.

Potup:

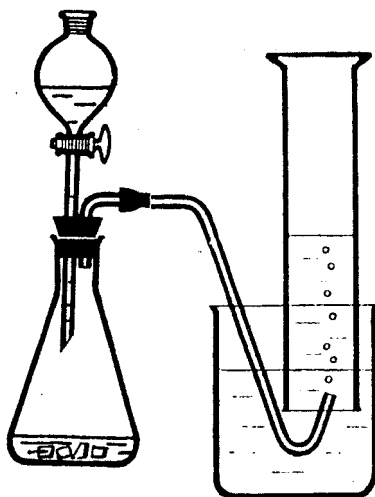
Potřebné množství olova roztepaného na tenké plíšky dejte do porcelánové odpařovací misky a přelijte trojnásobným množstvím (oproti stechiometrii) 30% roztokem kyseliny dusičné. Misku se směsí zahřívejte v digestoři tak dlouho, dokud se kov nerozpustí. V případě potřeby přidejte ještě další kyselinu. Roztok zfiltrujte a filtrát zahustěte ke krystalizaci. Krystaly dusičnanu olovnatého získané krystalizací oddělte filtrací a nechte sušit v sušárně při 105°C. Suchý produkt zvažte a použijte do další reakce.

PŘÍPRAVA PEROXIDU VODÍKU A ZJIŠTĚNÍ JEHO KONCENTRACE V ROZTOKU



Pracovní postup:

1. Odvažte peroxid barnatý tak, aby jeho hmotnost odpovídala 1/30 molu BaO_2 a smíchejte ho s mírným přebytkem 10% roztoku kyseliny chlorovodíkové.
2. Ke směsi přidejte vypočtené množství roztoku kyseliny sírové o koncentraci 1 mol/l a pak po částech předem vypočtené množství pevného uhličitanu olovnatého, dokud uniká plyn.
3. Vzniklou sraženinu oddělte od roztoku filtrací za sníženého tlaku. Objem filtrátu změřte v odměrném válci.
4. Pro zjištění koncentrace peroxidu vodíku v jeho roztoku sestavte aparaturu pro vyvíjení kyslíku a jeho jímání nad vodou.
5. Na dno frakční baňky nasypete asi 1g oxidu manganičitého a z dělicí nálevky přidávejte po kapkách roztok peroxidu vodíku o známém objemu. Vznikající kyslík jímejte do odměrného válce o objemu 250 ml naplněného vodou. Po najímání dostatečného množství kyslíku (150 – 200 ml) přestaňte přikapávat peroxid vodíku, zjistěte skutečnou spotřebu roztoku peroxidu vodíku a z objemu najímaného kyslíku vypočítejte jeho hmotnostní zlomek v roztoku. Roztok peroxidu nespotebujte všechen, v přikapávací nálevce ponechte malé množství a jeho objem změřte v odměrném válečku !
6. Při výpočtu předpokládejte $p = 101,3 \text{ kPa}$, $V_m = 22,4 \text{ dm}^3$



Aparatura pro jímání plynu nad vodou

Do protokolu uveďte probíhající chemické děje a výpočty!

SÍRAN DRASELNO-CHROMITÝ REDUKCÍ OXIDEM SIŘIČITÝM

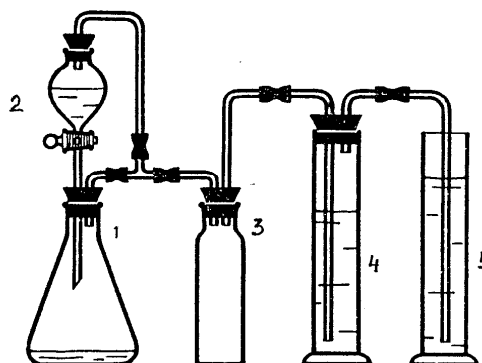


Připravte 5g síranu draselno-chromitého.

Postup:

Vypočítané a odvážené množství dichromanu draselného rozpustíte ve vodě na nasycený roztok (při 20°C, rozpustnost zjistíte v tabulkách). Roztok okyselíte asi 3 ml koncentrované kyseliny sírové a vychladíte na běžnou laboratorní teplotu.

Sestavte aparaturu podle níže uvedeného obrázku. Do okyseleného roztoku dichromanu draselného zavádějte plynný oxid siřičitý, připravený reakcí koncentrované kyseliny sírové se suspenzí siřičitanu nebo disiřičitanu. Postup reakce, při níž teplota nesmí překročit 60°C, se projeví změnou barvy reakční směsi. Po deseti minutách syčení odeberte z reakční směsi pipetou asi 1 ml roztoku a aparaturu opět uzavřete. Odebranou směs vlijte do zkumavky s nasyceným roztokem uhličitanu sodného. Pokud neprobíhá reakce hned, tak zkumavku opatrně zahřejte. Jestliže nad vzniklou sraženinou zůstává žluté zbarvení roztoku, je třeba pokračovat v dalším zavádění oxidu siřičitého tak dlouho, dokud se dichroman nezredukuje zcela na chromitou sůl. Kamenec se z roztoku vyloučí volnou krystalizací za laboratorní teploty. Vzniklé krystaly oddělte od matečného louhu filtrací na Buchnerově nálevce za sníženého tlaku, dosušte je mezi listy filtračního papíru. Preparát uchovejte v uzavřené nádobě.



Obr.3 – Příprava kamence draselno-chromitého
1–suspenze siřičitanu, 2–konc.kyselina sírová, 3–pojistná nádoba, 4–roztok dichromanu draselného, 5–voda

Vlastnosti kyseliny siřičité

Roztok kyseliny siřičité získaný při preparaci síranu draselno-chromitého rozdělte do tří zkumavek:

Zkumavka 1: přidejte zředěný roztok manganistanu draselného (růžové barvy)

Zkumavka 2: přikapávejte roztok jodu

Zkumavka 3: přidejte roztok Na₂S

REDUKCE OXIDU MĚDNATÉHO VODÍKEM

Za vyšší teploty je vodík schopen redukovat některé oxidy kovů až na kov. Z hmotnostního úbytku látky při žhání je možné stanovit vzorec oxidu.

Postup:

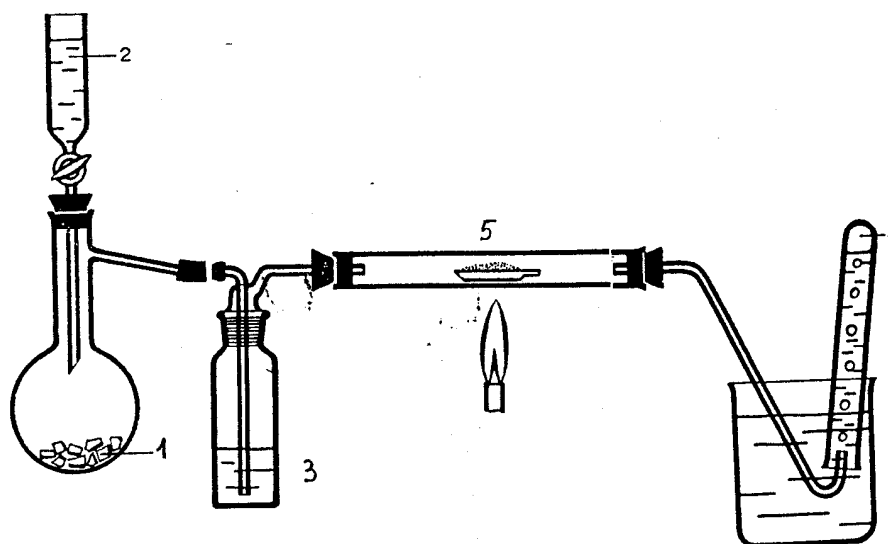
Nejprve vyžehněte v plameni kahanu porcelánovou lodičku a nechte ji vychladnout v exsikátoru. Potom ji zvažte. Do zvažené lodičky dejte tolik práškového oxidu měďnatého, aby pokrýval dno a lodičku s látkou opět co nejpřesněji zvažte.

Lodičku s oxidem vložte do těžkotavitelné trubice. Trubicí připojte z jedné strany ke zdroji vodíku, z druhé strany ji uzavřete zátkou, kterou prochází zahnutá skleněná trubička k zavádění plynu pod hladinu vody – podle níže uvedeného obrázku.

Vodík připravujte reakcí granulovaného zinku se zředěnou 20% kyselinou chlorovodíkovou ve vyjícím přístroji (frakční baňka s nálevkou) a vysušte ho probubláváním koncentrovanou kyselinou sírovou v promývače.

Vodík procházející aparaturou zavádějte do zkumavky naplněné vodou. Po naplnění zkumavky plynem uzavřete ústí zkumavky palcem, zkumavku přiblížte k plameni kahanu k provedení **zkoušky na výbušnost plynu** (plyn musí shořet klidně bez výbuchu, aby bylo možno pracovat dále). Teprve po schválení výsledku zkoušky, začnete zahřívát trubici v místech, kde je porcelánová lodička s oxidem. Zahřívání trubice ukončete tehdy, když veškerá pevná látka v lodičce změnila barvu. Nechte aparaturu vychladnout v proudu vodíku a teprve potom ji rozeberte. Lodičku co nejpřesněji zvažte. Z úbytku hmotnosti látky vypočítejte obsah kovu a kyslíku v oxidu a z těchto údajů stanovte jeho sumární vzorec.

Sestavte reakční rovnici.



Obr. 1 – Redukce oxidu kovu vodíkem

1-zinek, 2-kyselina chlorovodíková,
3-konc.kyselina sírová, 4-vodík,
5-oxid měďnatý

HYDROLÝZA SKLA

V třecí misce rozetřete na prášek asi 5 cm skleněné trubice či jiného skla (sodno–vápenaté sklo). Prášek nasypete do kádinky s 25 ml destilované vody a směs zahřejte k varu. Po ochladnutí přikápněte univerzální indikátor. Jaké pH má roztok?

PŘÍPRAVA KYSELINY TRIHYDROGENBORITÉ



Připravte 5g kyseliny trihydrogenborité

Postup:

Potřebné množství boraxu rozpustíte v horké vodě (asi 70°C) na nasycený roztok a do horkého roztoku přilijete asi o třetinu více 32% kyseliny chlorovodíkové než vyžaduje stechiometrie. Ochlazením v ledové lázni se vyloučí destičkové krystalky kyseliny trihydrogenborité. Odfiltrujte je, na filtru propláchněte malým množstvím ledové vody a po vysušení na vzduchu zvažte.

MOHROVA SŮL



Hexahydrát síranu amonno-železnatého (Mohrova sůl) se připravuje volnou krystalizací ekvivalentních množství nasycených roztoků síranu amonného a železnatého. Využívá se faktu, že rozpustnost podvojně soli je nižší než rozpustnost obou výchozích látek.

Pracovní postup:

Vypočtené množství uhličitanu amonného nechte reagovat s mírným přebytkem 20% kyseliny sírové. Do připraveného roztoku vsypte vypočítané množství jemně rozetřeného heptahydrátu síranu železnatého a přidejte takový objem vody, aby vznikl nasycený roztok podvojně soli při 60°C. V případě potřeby roztok přefiltrujte, přelijte do krystalizační misky a nechte volně krystalizovat. Vyloučené krystaly oddělte od matečného louhu filtrací. Zbytek matečného louhu zahustěte ke krystalizaci na vodní lázni a zpracujte obdobně jako první podíl. Krystaly Mohrovy soli vysušte mezi listy filtračního papíru, zvažte a odevzdejte.

STABILITA KOMPLEXŮ

a) Do roztoku chloridu železitého (5%) o objemu 2 ml přilijte roztok thiokyanatanu draselného (5%) o stejném objemu. Část vzniklého roztoku ponechte pro srovnání, ke druhé části přilijte roztok fluoridu sodného (5%) až do změny barvy roztoku. Nakonec do tohoto roztoku ve zkumavce vhod'te krystalek hlinité soli. Pokuste se vysvětlit pozorované změny, víte-li, že v roztocích postupně existovali tyto komplexní ionty: $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, $[\text{Fe}(\text{CNS})]^{2+}$, $[\text{FeF}_6]^{3-}$, $[\text{AlF}_6]^{3-}$.

b) Do roztoku chloridu železitého o objemu 2 ml přilijte roztok thiokyanatanu draselného o stejném objemu. Ke vzniklému červenému roztoku přidávejte po malých dávkách roztok dusičnanu rtuťnatého (5%) tak dlouho, až se roztok odbarví. Nakonec ke směsi přidávejte roztok bromidu draselného opět do změny barvy roztoku. V tomto případě jsou v roztoku přítomny ionty a sloučeniny: $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$, $[\text{Fe}(\text{CNS})]^{2+}$, $[\text{Hg}(\text{CNS})_4]^{2-}$, a HgBr_2 . Jak se v tomto případě mění stálost komplexů?