

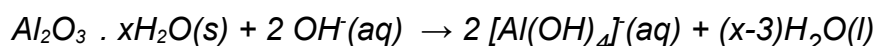
Protokol č.1

Téma: *Príprava oxidov a nitridov*

Úlohy: *Príprava hydratovaného oxidu hlinitého
Príprava nitridu horečnatého*

Cieľ práce:

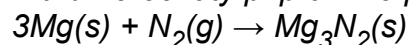
Hlinité soli vo vodných roztokoch hydrolyzujú podobne ako železité a možno ich z vodných roztokov vyzrážať ako hydratované oxidy hlinité $Al_2O_3 \cdot xH_2O$. Keďže v prírode sú hlinité soli často znečistené železitými soľami, je zaujímavé poznať spôsob ich vzájomného oddelenia. Na to možno využiť amfotérne vlastnosti hydratovaného oxidu hlinitého. $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ sa vďaka svojim amfotérnym vlastnostiam rozpúšťa v nadbytku hydroxidových iónov za tvorby hydroxokomplexov podľa rovnice:



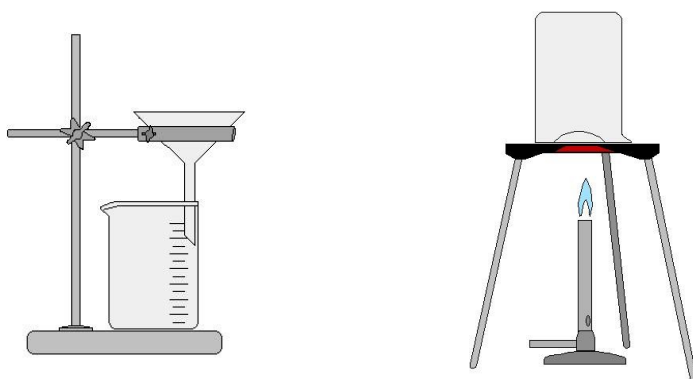
Hydratovaný oxid železitý nemá amfotérne vlastnosti, so zásadami nereaguje, čiže sa nerozpúšťa v nadbytku hydroxidových iónov, čo môžeme využiť na oddelenie Al(III) a Fe(III) solí.

Po odfiltrovaní hydratovaného oxidu železitého možno z filtrátu spätným zrážaním pomocou látky viažucej hydroxidové anióny (napr. CO_2) pripraviť hydratovaný oxid hlinitý, čím sa smer horeuvedenej reakcie obráti.

Nitrid horečnatý pripravíme priamou reakciou s dusíkom zo vzduchu



Nákres aparatúry:



Postup práce:

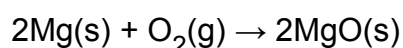
príprava hydratovaného oxidu hlinitého:

1. Odmeriame asi 100 ml vopred pripraveného roztoku a vo vyššej kadičke ho zohrejeme takmer do varu. Potom pripravíme väčšie množstvo horúceho, asi 10 % roztoku NaOH, ktorý za stáleho miešania prilievame do horúceho roztoku obsahujúceho hlinitú a železitú soľ. Spočiatku pozorujeme tvorbu objemnej, hnedasto sfarbenej zrazeniny, ktorej množstvo sa ďalším pridávaním roztoku NaOH znižuje. Pri hodnotách pH roztoku okolo 12-13 sa prechodne utvorená zrazenina $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ úplne rozpustí a v roztoku pozorujeme len klkovitú tmavohnedú zrazeninu hydratovaného oxidu železitého. Zmes krátko zohrejeme takmer do varu, premiešame ju a necháme ochladiť. Ešte mierne teplý roztok prefiltrujeme cez skladaný filter a gélovitú zrazeninu premyjeme malým množstvom zriedeného roztoku NaOH (pH okolo 12). Odfiltrovaný hydratovaný oxid železitý ďalej nespracovávame.
2. Z číreho filtrátu, obsahujúceho len rozpustné hydroxohlinitany, možno získať hydratovaný oxid hlinitý pomalým pridávaním roztoku síranu amónneho za varu. Odfiltrovaný roztok hydroxohlinitanov zohrejeme v kadičke takmer do varu. Potom za stáleho miešania po malých dávkach prilievame asi 30 % teplý roztok síranu amónneho až do pH roztoku okolo 9. Ak pridávame naraz väčšie množstvo roztoku síranu amónneho, biela zrazenina je veľmi jemná, zle filtrovateľná a pomaly sa suší. Reakčnú zmes potom ešte krátko povaríme za občasného premiešania, aby sa z nej vypudil amoniak.
3. Vyzrážaný biely produkt za tepla odfiltrujeme na Buchnerovom lieviku, premyjeme horúcou destilovanou vodou a vysušíme pri $120^\circ C$. Suchá zrazenina sa svojím zložením blíži k zloženiu hydroxidu hlinitého.
4. Vysušený produkt zvažíme, preniesieme do porcelánového téglíka a žihame v peci pri teplote asi $700^\circ C$, približne 30 minút. Obsah téglíka po vychladnutí v exikátore odvážime a z rozdielu hmotností stanovíme obsah vody v hydratovanom oxide hlinitom.

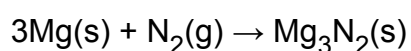
príprava nitridu horečnatého:

Nitrid horečnatý pripravíme priamou reakciou s dusíkom zo vzduchu. Najprv si pripravíme potrebnú aparatúru. Na železný kruh položíme azbestovú sieťku s dierkou uprostred. Okolo dierky nasypeme cca 2g práškoveho horčička. Pod dierku dáme kúsok papiera, aby sa nám horčičik nevy-sypal na pracovný stôl. Zachytený horčičik potom opatrne prisypeme. Takto pripravený horčičik zakryjeme kadičkou o objeme asi 600 ml obrátenou hore dnom a zdola začneme ohrievať kahanom.

Po chvíli pozorujeme záblesk, za ktorým nasleduje tlenie, pričom reakčná zmes bude mať červenú farbu. Počas záblesku časť horčička zreagovala s kyslíkom zo vzduchu:



Vzniknutý MgO je biely. Počas tlenia reagoval horčičik s dusíkom (na priebeh reakcie je potrebná teplota cca $300^\circ C$):



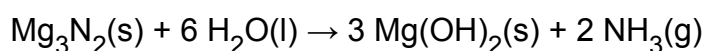
Namerané hodnoty:

dôkaz oxidu hlinitého:

Prítomnosť hliníka v produkte dokážeme pomocou skúmvkovej reakcie s alizarínom (1,2-dihydroxyantrachinón). K $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ v skúmvke pridáme malé množstvo zriedenej HCl (1:1) a niekoľko kvapiek alizarínu. Potom k roztoku v skúmvke pridáme roztok amoniaku tak, aby sa roztok zneutralizoval a začal vylučovať červenos farbený chelát hliníka s alizarínom, tzv. hlinitý lak, ktorý dokazuje prítomnosť hliníka.

dôkaz nitridu horečnatého:

Vzniknutý sivý nitrid v styku s vodou uvoľňuje amoniak. Využijeme to na jeho dôkaz. Produkt dáme do malého porcelánového téglika, ktorý zakryjeme hodinovým sklíčkom. Na jeho dne je prilepený navlhčený univerzálny pH papierik. Potom pomocou plastickej striekačky kvapneme do téglika niekoľko kvapiek vody, aby bol produkt vlhký a rýchlo prikryjeme téglik pripraveným hodinovým sklíčkom. Počas reakcie :



uvoľnený amoniak sfarbí lakmusový pH papierik na modro.

hmotnosť pripraveného $Al_2O_3 \cdot x H_2O$:	$m = 2,113 \text{ g}$
hmotnosť Al_2O_3 po žíhaní :	$m = 1,409 \text{ g}$
hmotnosť vody v hydratovanom $Al_2O_3 \cdot x H_2O$:	$m = 0,704 \text{ g}$
hmotnosť pripraveného nitridu horečnatého :	$m = 2,556 \text{ g}$

Výpočet výsledných hodnôt:

$$m(Al_2O_3 \cdot x H_2O) = 2,113 \text{ g} \quad m(Al_2O_3) = 1,409 \text{ g} \quad m(H_2O) = 2,113 - 1,409 = 0,704 \text{ g}$$

$$n(Al_2O_3) = \frac{m(Al_2O_3)}{M(Al_2O_3)} = 0,01382 \text{ mol} \quad n(H_2O) = \frac{m(H_2O)}{M(H_2O)} = 0,03907 \text{ mol}$$

$$0,01382 : 0,03907 = 1 : 2,82$$

$$x(H_2O) = 2,82$$

$$m(Mg) = 2 \text{ g} \quad \xi = \frac{m(Mg)}{M(Mg) \cdot \nu} = 0,0274 \text{ mol} \quad m(Mg_3N_2) = \xi \cdot \nu \cdot M(Mg_3N_2) = 2,766 \text{ g}$$

Záver: Pripravili sme hydratovaný oxid hlinitý. Stanovením množstva vody bol určený jeho stechiometrický vzorec: $Al_2O_3 \cdot 2,82 H_2O$. Reakciou kovového horčíka s dusíkom zo vzduchu sme pripravili nitrid horečnatý.