

# LABORATÓRNE CVIČENIA Z ANORGANICKEJ CHÉMIE

Katedra Anorganickej Chémie Prírodovedeckej fakulty UPJŠ v Košiciach

Šk. rok / sem.	2007/2008	Meno	Jaroslav Mandzák	Odovzdané dňa	16.03.2008
Ročník	prvý				
Kombinácia	chémia	Cvičenie dňa	11.03.2008	Prevzal	
Štud. skupina					

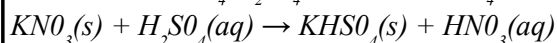
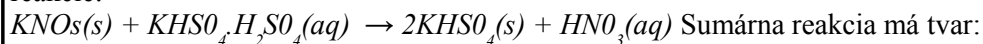
Názov úlohy: Príprava kyseliny dusičnej a stanovenie jej koncentrácie  
Príprava kyseliny trihydrogenboritej

## PRINCÍP:

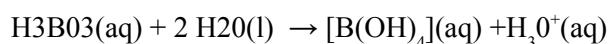
Kyselina dusičná je silná kyselina, ktorá je však slabšia ako kyselina sírová, preto táto je schopná ju vytláčať z jej solí. V laboratóriu sa pripravuje vytesňovaním  $KNO_3$  alebo  $NaNO_3$  pomocou kyseliny sírovej  $H_2SO_4$  a následnou destiláciou. Reakcia prebieha v dvoch stupňoch. Pri teplote  $80-90^\circ C$  prebieha reakcia



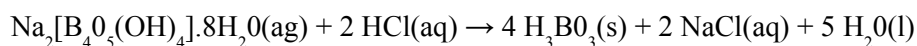
Ďalším zahrievaním pri teplote  $115-130^\circ C$  vzniknutá podvojná soľ ďalej pôsobí na  $KNO_3$  podľa reakcie:



Kyselina trihydrogenboritá je veľmi slabá jednosýtna kyselina ( $pK_a = 9.19$ ). Jej ionizáciu vo vode môžeme popísať rovnicou:

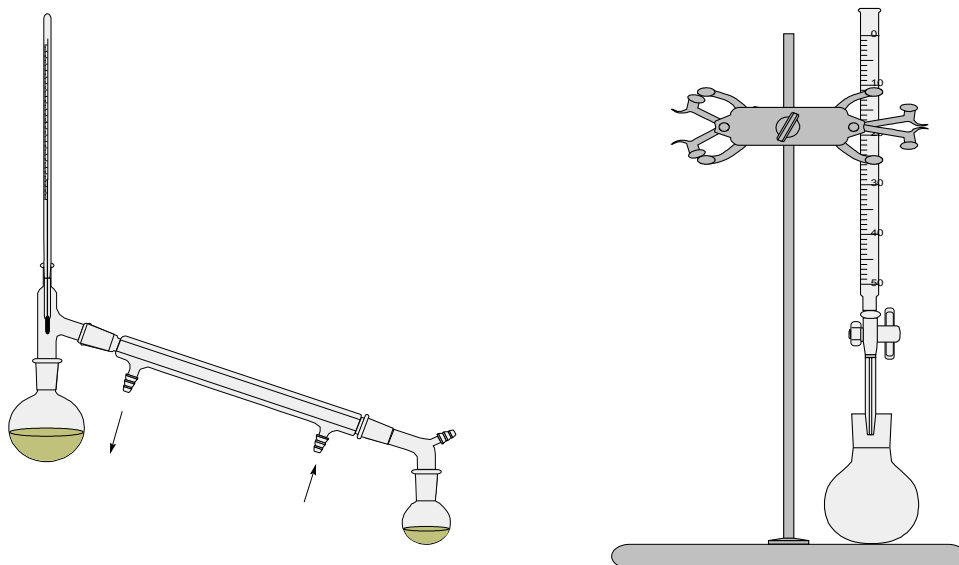


Pripravíme ju pôsobením silnej kyseliny  $HCl$  na jej sodnú soľ  $Na_2[B_4O_5(OH)_4] \cdot 8H_2O$ . Táto je niekedy uvádzaná ako dekahydrát  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ , tento vzorec je však potrebné považovať za empirický, nakoľko nezodpovedá jeho štruktúre. Reakcia prípravy je:



Na izoláciu produktu využijeme rozdielnu rozpustnosť produktov reakcie (menšia rozpustnosť  $H_3BO_3$  oproti  $NaCl$  pri nízkych teplotách - pozri krivky rozpustnosti) a na zvýšenie výtťažnosti využijeme výrazne klesajúcu rozpustnosť  $H_3BO_3$  s klesajúcou teplotou.

## SCHÉMA:



**POMOCKY:**

chemické : Dusičnan draselný,  $\text{KNO}_3$ , Kyselina sírová,  $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,96$ , 5 M roztok NaOH pripravený roztok  $\text{HNO}_3$  destilovaná voda fenolftaleín, borax, dekahydrát tetraboritanu disodného,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  Kyselina chlorovodíková,  $w(\text{HCl}) = 0,36$

technické : varná banka so zábrusom, Liebigov chladič, teplomer, destilačná predloha, kahan, kadičky, byreta, titračná banka, pipeta

**POSTUP:**Príprava kyseliny dusičnej

1. Reakciu vykonávej v destilačnej aparátúre . Do 250 ml varnej banky so zábrusom dáme 20 g  $\text{KNO}_3$ , prípadne znečistený zábrus očistíme a potom ho jemne namažeme tukom. Banku zachytíme lapákom a umiestnime ho na pieskový kúpeľ. Na banku pripojíme Liebigov chladič. Ako chladiace médium použijeme vodu z vodovodu.
2. Oddestilovanú kyselinu budeme zachytávať do predlohy (suchej kužeľovej banky). Teplotu počas destilácie kontrolujeme s teplomerom s rozsahom aspoň do  $150^\circ\text{C}$ .
3. Vypočítaný objem kyseliny sírovej zriedenej v pomere 1:1 a v 30 % nadbytku (potrebný na dosiahnutie dobrého výťažku) pridáme po zostavení aparatury pomocou lievika s dlhou stopkou. Dbáme o to, aby sme kyselinou neznečistili zábrus. Po skontrolovaní aparatury si nasadíme ochranný obličajový štít, zapálime kahan a zmes pomaly zohrievame na pieskovom kúpeľi.
4. Sledujeme teplotu na teplomeri. Po ukončení destilácie alebo v prípade, ak v banke začnú vznikať hnedé plyny, ukončíme zahrievanie.  $\text{KHSO}_4$  vo varnej banke stuhne. Ak ho chceme izolovať, rozpustíme ho v teplej vode, prefiltrujeme a zahustíme ku kryštalizácii.
5. Hustotu získanej  $\text{HNO}_3$  určíme pyknometricky. Z určenej hustoty pomocou tabuliek určíme jej koncentráciu v hmotnostných percentách. Pri teplote  $80-90^\circ\text{C}$  vyvíjajúce sa pary  $\text{HNO}_3$  sú bezfarebné. Pri zvýšení teploty sa rozkladá, uvoľňujú sa hnedočervené pary  $\text{NO}_2$

Stanovenie koncentrácie kyseliny dusičnej termometrickou a acidobázickou titráciou:

1. Byretu naplníme 5 M roztokom NaOH a titračnú banku presne 10 ml pripraveného roztoku  $\text{HNO}_3$ , 10 ml dest. vody a niekoľkými kvapkami fenolftaleínu.
2. Roztok NaOH pridávame po 1 ml apo každom prídavku meriame teplotu titrovaného roztoku. Údaje o spotrebe titračného činidla (roztok NaOH) ako aj zaznamenané teploty zapisujeme.
3. Meranie ukončíme zistením bodu ekvivalencie (farebná zmena roztoku, konštantná teplota).
4. Výpočtom stanovíme koncentráciu pripravenej kyseliny dusičnej a porovnáme výsledky meraní, ktoré získame jednotlivými metódami.

Príprava kyseliny trihydrogenboritej

1. Vypočítame množstvo boraxu potrebného na prípravu 5g  $\text{H}_3\text{BO}_3$ . Vypočítané množstvo rozpustíme v kadičke v takom objeme teplej vody, aby vznikol nasýtený roztok  $\text{H}_3\text{BO}_3$  pri  $60^\circ\text{C}$ . Rozpustnosť si zistíme buď numericky (extrapoláciou alebo interpoláciou) alebo graficky z krivky rozpustnosti. Pri výpočte potrebného objemu vody vezmite do úvahy aj množstvo vody vznikajúce pri reakcii, množstvo vody, ktoré do reakcie vstupuje vo forme kryštalohydrátu a v použitej HCl, ako aj množstvo vody potrebnej na udržanie NaCl v roztoku pri konečnej teplote kryštalizácie.
2. Do tohto roztoku potom pridávame vypočítané množstvo 36 % HCl za stáleho miešania.
3. Ukončenie reakcie, to je zreagovanie celého množstva bórxu, indikuje mierne kyslá reakcia roztoku na univerzálny pH papierik. V prípade potreby ešte pridáme HCl do vzniku žiadanej reakcie.
4. Potom roztok ochladíme a vylúčený bezfarebný jemne kryštalický prášok  $\text{H}_3\text{BO}_3$  odsajeme. Produkt sušíme pri teplote  $105^\circ\text{C}$ , po vysušení zväžíme a vypočítame výťažnosť.

**VÝPOČTY:**

$$m(\text{KNO}_3) = 20\text{g}$$

$$\xi_1 = \frac{m}{M \cdot v} = \frac{20\text{g}}{101,103 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \cdot 1} = 0,1978 \text{ mol}$$

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \xi \cdot M \cdot v = 0,1978 \cdot 98,079 \cdot 1 = 19,4 \text{ g} \quad m(\text{H}_2\text{SO}_4, w=0,96) = \frac{19,4 \text{ g}}{0,96} = 20,2 \text{ g}$$

$$V(H_2SO_4) = \frac{m}{\rho} = \frac{20,20 \text{ g}}{1,8355 \text{ g/cm}^3} = 11 \text{ cm}^3 \quad 11 \text{ cm}^3 + 30\% = 14,306 \text{ cm}^3$$

$$\rho_{HNO_3} = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} = \frac{21,183 \text{ g} - 8,140 \text{ g}}{18,311 \text{ g} - 8,140 \text{ g}} = 1,282 \text{ g.cm}^{-3}$$

$$c(HNO_3) = \frac{c(NaOH) \cdot V(NaOH)}{V(HNO_3)} = \frac{5 \text{ mol.dm}^{-3} \cdot 0,0224 \text{ dm}^3}{0,01 \text{ dm}^3} = 11,2 \text{ mol.dm}^{-3}$$

$$m(x\% HNO_3) = c \cdot V \cdot M = 11,2 \text{ M} \cdot 0,01 \text{ dm}^3 \cdot 63,01 \text{ mol.dm}^{-3} = 7,057 \text{ g}$$

$$m(100\% HNO_3, 10 \text{ ml}) = m_2 - m_1 = 21,183 \text{ g} - 8,140 \text{ g} = 13,043 \text{ g}$$

$$w(HNO_3) = \frac{m(x\% HNO_3)}{m(100\% HNO_3, 10 \text{ ml})} = \frac{7,057 \text{ g}}{13,043 \text{ g}} = 0,5410 = 54,1\%$$

$$m(100\% HNO_3) = \xi \cdot M \cdot v = 0,1978 \cdot 63,0128 \cdot 1 = 12,46 \text{ g}$$

$$m(HNO_3, \text{ pripr.}) = V(HNO_3, \text{ pripr.}) \cdot \rho(HNO_3, \text{ pripr.}) = 16 \text{ cm}^3 \cdot 1,282 \text{ g.cm}^{-3} = 20,512 \text{ g}$$

$$m(HNO_3, \text{ teoret.}) = \frac{\xi \cdot v \cdot M}{w(HNO_3)} = 23,031 \text{ g}$$

$$\text{relativny vytazok : } RV = \frac{PV}{TV} = \frac{20,512 \text{ g}}{23,031 \text{ g}} = 0,89 = 89\%$$

$$m(H_3BO_3) = 5 \text{ g} \quad \xi = \frac{m}{M \cdot v} = \frac{5 \text{ g}}{61,833 \text{ g.mol}^{-1} \cdot 4} = 0,0202 \text{ mol}$$

$$m(\text{borax}) = \xi \cdot v \cdot M = 0,0202 \text{ mol} \cdot 1 \cdot 367,1 \text{ g.mol}^{-1} = 7,703 \text{ g}$$

$$s(60^\circ C) = 15,4 \text{ g } H_3BO_3 \text{ na } 100 \text{ g vody} \quad w(\text{nas. rozt. } H_3BO_3) = \frac{15,4 \text{ g}}{115,4 \text{ g}} = 0,133$$

$$m(\text{nas. rozt. } H_3BO_3) = \frac{5 \text{ g}}{0,133} = 37,59 \text{ g}$$

$$m(H_2O)_{\text{celk.}} = 37,59 \text{ g} - 5 \text{ g} = 32,59 \text{ g}$$

$$m(H_2O)_R = \xi \cdot v \cdot M = 0,0202 \cdot 5 \cdot 18,015 = 1,82 \text{ g}$$

$$m(H_2O)_{\text{borax}} = 0,0202 \cdot 10 \cdot 18,015 = 3,64 \text{ g}$$

$$m(H_2O)_{HCl} = m(36\% HCl) - m(100\% HCl) = 4,091 - 1,473 = 2,618 \text{ g}$$

$$m(H_2O)_{HCl} + m(H_2O)_{\text{borax}} - m(H_2O)_R = 4,438 \text{ g}$$

$$m(H_2O) = 32,59 \text{ g} - 4,438 \text{ g} = 28,152 \text{ g}, \text{ kt. je treba pridať}$$

$$m(H_3BO_3, \text{ pripr.}) = 3,613 \text{ g} \quad RV = \frac{PV}{TV} = \frac{3,613 \text{ g}}{5 \text{ g}} = 0,7226 = 72,26\%$$

ZÁVER:

Hustota pripravenej kyseliny dusičnej bola  $1,282 \text{ g.cm}^{-3}$ , koncentrácia pripravenej kyseliny dusičnej bola  $11,2 \text{ M}$ , hmotnosť zlomok pripravenej kyseliny dusičnej bol  $54,1\%$ , relatívny výťažok reakcie bol  $89\%$ .

Hmotnosť pripravenej kyseliny trihydrogenboritej bola  $3,613 \text{ g}$ , relatívny výťažok reakcie bol  $72,26\%$ .