

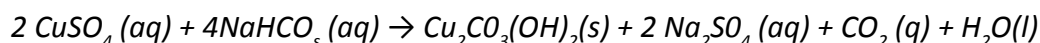
Protokol č.

Téma: *Príprava halogenidov vo vodnom prostredí*

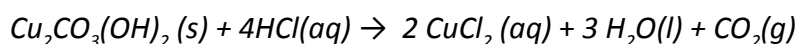
Úlohy: *Príprava dihydrátu chloridu meďnatého*
Príprava chloridu meďného

Cieľ práce:

Pri príprave niektorých zlúčenín medi sa ako východisková soľ využíva hydrát chloridu meďnatého. Jeho výhodou oproti síranu je rozpustnosť v niektorých nevhodných rozpúšťadlách. Na základe jeho štruktúry je možné ho považovať za koordinačnú zlúčeninu s názvom zrans-diakva-dichloromeďnatý komplex. Môžeme ho pripraviť zo síranu dvojestupňovou syntézou cez nerozpustný medziprodukt, hydroxid-uhličitan meďnatý. Hydroxid-uhličitan meďnatý pripravíme zrážaním síranu meďnatého s hydrogenuhličitanom sodným:

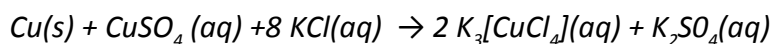


a na ten po oddelení síranových iónov pôsobíme kyselinou chlorovodíkovou:

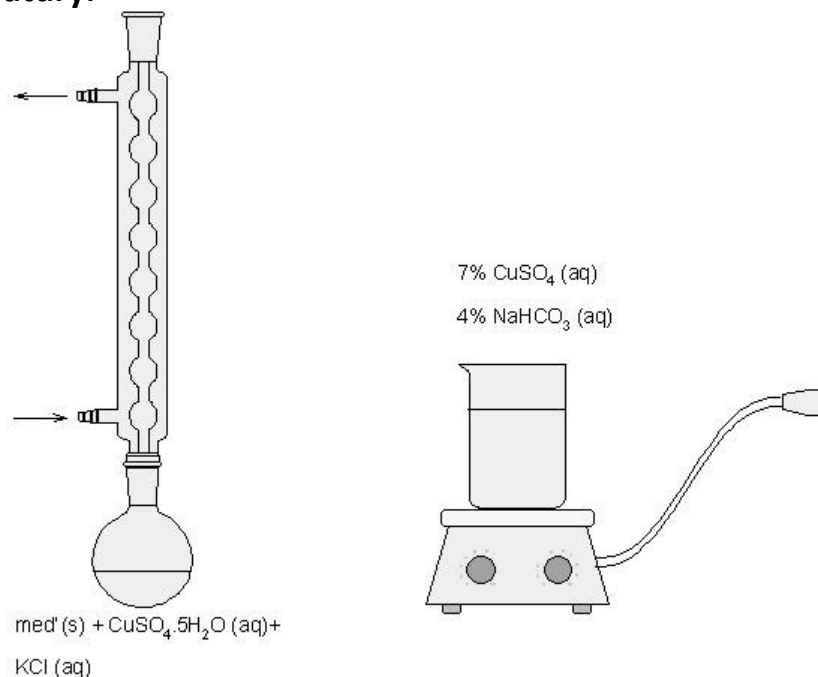


Produkt kryštalizuje ako hydrát.

Chlorid meďný môžeme pripraviť symproporciačnou reakciou medzi meďou a meďnatou soľou v prítomnosti chloridových aniónov. Nadbytok halogenidu sa používa preto, aby v priebehu reakcie vznikali rozpustné chlomeďnanové anióny a nie samotný nerozpustný chlorid, ktorý by mohol pokrývať povrch medi a tým brániť ďalšiemu priebehu reakcie. Chlorid meďný sa z roztoku potom izoluje zriedením roztoku. Reakcie môžeme zapísať v tvare:



Nákres aparatury:



Postup práce:

príprava dihydrátu chloridu meďnatého:

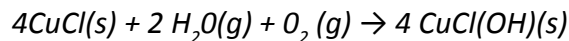
1. 3 g pentahydrátu síranu meďnatého rozpustíme v takom množstve vody, aby sme získali 7 % roztok. Roztok potom v kadičke zohrejeme do varu a na magnetickej miešačke za stáleho miešania k nemu prikvapkávame horúci 4 % vodný roztok NaHCO_4 . Okamžite pozorujeme tvorbu svetlozelenej zrazeniny. Prídavok 5 % nadbytku NaHCO_4 spôsobí, že zrazenina skoaguluje a výraznejšie sa sfarbí. Vodného roztoku NaHCO_4 pripravíme také množstvo, aby sme s ním mohli nielen zrážať, ale aj asi päťkrát dekantovať zrazeninu $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$.
2. Po odliatí posledného dekantovaného roztoku postupne pridáme k zrazenine potrebné množstvo zriedenej HCl (1:1). Po skončení reakcie pridáme k roztoku ešte 50 % nadbytok koncentrovaného roztoku HCl , aby bol roztok dostatočne kyslý, čím sa zabráni hydrolyze hexaakvamedňatých kationov a uľahčí sa vypudenie CO_2 z roztoku. Potom roztok chloridu meďnatého prefiltrujeme cez ftirový lievik, filtrát prelejeme do odparovacej misky a odparíme na nasýtený roztok. Filtrát necháme voľne kryštalizovať do nasledujúceho cvičenia, keď vzniknuté kryštáliky odsajeme na fritovom lieviku a voľne dosušíme n a vzduchu. Po zväžení vypočítame výťažnosť.
3. Na dôkazové reakcie využijeme dusičnan strieborný (Cl^-) a amoniak (dôkaz na Cu^{2+}).

príprava chloridu meďného:

Zostavíme si aparaturu na reflux. Do varnej banky umiestnime 1.1 g práškovej medi (nadbytok 10 %) a vypočítané množstvo modrej skalice a KCl vo forme roztokov (celkový objem vody má byť 50 mL), ktoré sme okyslili jednou kvapkou kyseliny sírovej. Obsah banky potom refluxujeme dovtedy, kým roztok v banke sa nevyčíri a neodfarbí. Ak je obsah olivovozelenej farby, znamená to, že v roztoku sú prítomné ešte ióny Cu^{2+} a je potrebné pridať ešte meď a pokračovať v zahrievaní. Po ukončení reakcie roztok ešte

za tepla filtrujeme cez skladaný filter do 300 ml 3 % roztoku kyseliny sírovej. Zriedením sa vulučuje biela zrazenina CuCl, ktorú dekantujeme 3 % roztokom H₂SO₄. Produkt potom rýchlo odfiltrujeme na Büchnerovom lieviku, premyjeme etanolom a éterom, zvážíme a vypočítame výťažnosť.

Produkt treba chrániť pred stykom so vzduchom a svetlom, pretože pôsobením vlhkosti sa oxiduje kyslíkom a pôsobením svetla sa disproportionuje podľa rovníc:



Namerané hodnoty:

hmotnosť pripraveného CuCl₂ : m = 1,345 g

hmotnosť pripraveného CuCl : m = 2,150 g

Výpočet výsledných hodnôt:

$$\begin{aligned}
 & \text{objem vody potrebný na prípravu roztoku} \\
 & m_1 \cdot w_1 + m_2 \cdot w_2 = m_3 \cdot w_3 \\
 & 3 \cdot 0,64 + m_2 \cdot 0 = m_3 \cdot 0,07 \\
 & m_3 = \frac{m_1 \cdot w_1}{w_3} \Rightarrow m_2 = \frac{m_1 \cdot w_1}{w_3} - m_1 = 24,42 \text{ g H}_2\text{O} \\
 & m_1 = m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}(s)) \\
 & m_2 = m(\text{H}_2\text{O}) \\
 & m_3 = m(\text{CuSO}_4(aq)) \\
 & w_1 = \frac{M(\text{CuSO}_4)}{M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} = 0,64 \\
 & w_2 = 0 \\
 & w_3 = 0,07 \\
 & m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 3 \text{ g} \quad \xi = \frac{m}{M \cdot v} = \frac{3 \text{ g}}{249,687 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 2} = 0,006 \text{ mol} \\
 & m(\text{CuCl}_2) = \xi \cdot v \cdot M = 1,613 \text{ g} \\
 & m(\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{CuCl}_2)}{M(\text{CuCl}_2)} \cdot M(\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 2,045 \text{ g} \\
 & m(\text{Cu}) = 1 \text{ g} \quad \xi = \frac{m}{M \cdot v} = \frac{1 \text{ g}}{63,55 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 1} = 0,0157 \text{ mol} \\
 & m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = \xi \cdot v \cdot M = 3,929 \text{ g} \\
 & m(\text{KCl}) = \xi \cdot v \cdot M = 9,363 \text{ g} \\
 & m(\text{K}_3[\text{CuCl}_4]) = \xi \cdot v \cdot M = 11,1637 \text{ g} \quad \xi_2 = m \frac{(K_3[\text{CuCl}_4])}{M(K_3[\text{CuCl}_4]) \cdot v} = 0,0346 \text{ mol} \\
 & m(\text{CuCl}) = \xi \cdot v \cdot M = 0,0346 \cdot 1 \cdot 98,999 = 3,425 \text{ g} \\
 & \text{Relatívna výťažnosť:} \\
 & RV(\text{CuCl}_2) = \frac{1,345 \text{ g}}{2,045 \text{ g}} = 0,6577 = 65,77\% \\
 & RV(\text{CuCl}) = \frac{2,15 \text{ g}}{3,425 \text{ g}} = 0,6277 = 62,77\%
 \end{aligned}$$

Záver: Pripravili sme dihydrát chloridu meďnatého s výťažnosťou 65,77%, a chlorid meďný s výťažnosťou 62,77%. K stratám produktu došlo hlavne pri separačných operáciách, kryštalizácii a filtrácii.