

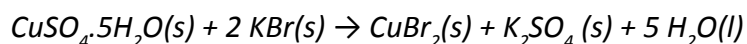
Protokol č.

Téma: *Príprava halogenidov v nevodnom prostredí*

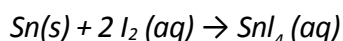
Úlohy: *Príprava bezvodého bromidu meďnatého
Príprava a vlastnosti jodidu ciničitého*

Cieľ práce:

Bezvodý bromid meďnatý pripravíme reakciou síranu meďnatého s bromidom meďnatým a jeho následnou extrakciou do etanolu. K reakcii dochádza už v tuhom stave pri rozotieraní, oboch reaktantov v trecej miske, čo vizuálne pozorujeme ako stmavnutie rozotieranej zmesi:

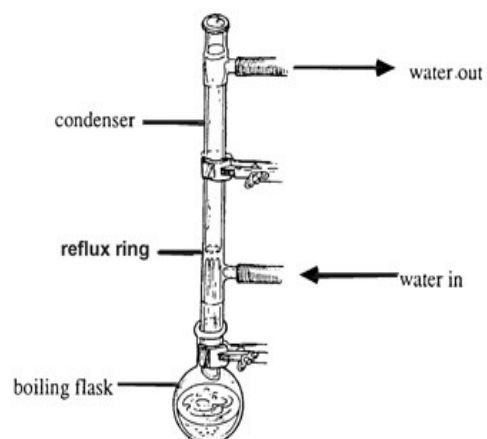


Jodid ciničitý možno pripraviť reakciou cínu s jódom v chloroforme alebo inom vhodnom nepolárnom rozpúšťadle ako je cyklohexán, chlorid uhličitý a pod.



Kryštálky chloridu ciničitého možno potom z týchto roztokov získať kryštalizáciou.

Nákres aparatúry:



Postup práce:

príprava bezvodého bromidu meďnatého:

1. Pri príprave vychádzame z 2 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ktorú rozotirame s vypočítaným množstvom KBr. Rozotrenú zmes preniesieme do patróny (vločky) Soxhletovho extrakčného prístroja. Tento pozostáva z guľatej varnej banky o objeme 250 ml, samotnej extrakčnej časti a spätného chladiča. Extrakčné činidlo (200 ml etanolu) dáme do varnej banky.
2. Alkohol zahrievame pomocou topného hniezda. Pozor ! Správnosť zapojenia aparatury a topného hniezda si dáme skontrolovať vyučujúcim. Pary alkoholu kondenzujú v chladiči (chladenie pomocou tečúcej vody), odkiaľ etanol stečie do strednej časti aparatury, v ktorej sa nachádza rozotretá zmes. Bromid meďnatý zo zmesi sa v etanole rozpúšťa a sfarbuje ho do hnedá, kým bezfarebný síran draselný zostáva na dne nerozpustený. Ak objem etanolu prekročí objem patróny pomocou systému trubičiek vplyvom gravitácie pretečie do varnej banky spolu s rozpusteným produktom. Tento extrakčný postup viackrát zopakujeme, aby sme z tuhej zmesi vyextrahovali všetok bromid meďnatý. Po ukončení extrakcie vypneme ohrev a po ochladení aparatury roztok bromidu meďnatého zahustíme na rotačnom vákuovom odparováku (RVO).
3. RVO je prístroj, v ktorom sa dosahuje destilácia rozpúšťadla za zníženého tlaku, ktorý si vytvoríme pomocou vodnej vývevy. Pri práci s RVO sa používa štít pre prípad vzniku implózie! RVO pozostáva z guľatej varnej banky, v ktorej sa nachádza roztok určený na zahustenie. Banka sa ohrieva pomocou vodného kúpeľa a súčasne sa otáča (pomocou elektromotora), aby sa zamedzilo vzniku utajeného varu. Druhá časť prístroja pozostáva prakticky z chladiča (chladiace médium je voda), v ktorom kondenzujú pary rozpúšťadla. Tieto stekajú do zbernej nádoby - guľatej banky. Na chladiči je trubica s kohútikom, ktorým sa aparatura pripája alebo odpája od zdroja zníženého tlaku.
4. Po odparení prebytočného rozpúšťadla získaný koncentrovaný roztok prefiltrujeme, aby sme odstránili prípadné nečistoty, dáme do porcelánovej misky a odparíme do sucha. Bezvodý bromid meďnatý vo forme tmavohnedého až čierneho prášku odvážeme a vypočítame výťažnosť.

Príprava a vlastnosti jodidu ciničitého :

1. 3g cínu postrihaného na malé kúsky a 10g jódu umiestnime v 100 ml varnej banke s guľatým dnom, na ktorú pripojíme spätný chladič.
2. Pridáme 50 ml chloroformu cez vrchný otvor chladiča. Banku s chladičom umiestnime na železný kruh s azbestovou sieťkou a opatrne zahrievame slabým plameňom plynového kahana. Reakcia je skončená ak roztok má oranžové sfarbenie a skondenzované rozpúšťadlo zo spätného chladiča je bezfarebné (neobsahuje rozpustený jód). Látkou určujúcou množstvo produktu je pri tejto príprave jód zreaguje úplne a v sústave ostáva nezreagovaný cín. Horúci roztok jodidu ciničitého prefiltrujeme cez skladaný filter do suchej vysokej kadičky a roztok ochladíme (zmesou vody s ľadom). Vykryštalizovaný SnI_4 odsajeme na Büchnerovom lieviku a vysušime medzi filtračnými papiermi. Odfiltrovaný nezreagovaný cín premyjeme teplou vodou, vysušime medzi filtračnými papiermi, odvážeme a vrátime späť do prachovnice.

3. O čistote pripraveného SnI_4 ; sa presvedčíme stanovením teploty topenia. Nezreagovaný cín premyjeme teplou vodou, vysušíme filtračným papierom a vrátime do zásobnej fľaše.

Plameňové skúšky chloridov kovov a kovov alkalických zemín

Malé množstvo látky naberieme na platinový drôtik a urobíme skúšku na farbenie plameňa. Na túto skúšku sú najvhodnejšie chloridy kovov, ktoré ľahko prchajú. Preto drôtik najprv ponoríme do kyseliny chlorovodíkovej, potom ešte vlhký do skúmanej látky, aby sa rozložiteľné zlúčeniny aspoň čiastočne zmenili na chloridy. Nakoniec drôtik s látkou ponoríme do dolnej povrchovej časti plameňa.

Namerané hodnoty:

hmotnosť pripraveného SnI_4 : $m = 5,655\text{g}$

hmotnosť pripraveného CuBr : $m = 0,808\text{g}$

výsledky plameňových skúšok:

Sr^{2+} = červená

Ca^{2+} = tehlovooranžová

K^+ = ružovofialová

Ba^{2+} = svetlozelená

Li^+ = karmínová červená

Na^+ = žltá

Cu^{2+} = zelená

teplota topenia tuhého SnI_4 : $t = 146^\circ\text{C}$

hmotnosť pripraveného CuBr_2 : $m = 0,808\text{g}$

hmotnosť pripraveného SnI_4 : $m = 6,655\text{g}$

Výpočet výsledných hodnôt:

$$m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 2\text{g} \quad \xi = \frac{m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})}{M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) \cdot \nu} = 0,008\text{ mol}$$

$$m(\text{KBr}) = \xi \cdot \nu \cdot M = 1,906\text{ g, potr. na prípravu.}$$

$$m(\text{CuBr}_2) = \xi \cdot \nu \cdot M = 1,786\text{ g}$$

$$m(\text{I}_2) = 10\text{g} \quad \xi = \frac{m(\text{I}_2)}{M(\text{I}_2) \cdot \nu} = 0,0197\text{ mol}$$

$$m(\text{SnI}_4) = \xi \cdot \nu \cdot M = 11,727\text{ g}$$

Relatívna výťažnosť :

$$RV(\text{CuBr}_2) = \frac{0,808\text{ g}}{1,786\text{ g}} = 0,4524 = 45,24\%$$

$$RV(\text{SnI}_4) = \frac{6,655\text{ g}}{11,727\text{ g}} = 0,5675 = 56,75\%$$

Záver: Pripravili sme bezvodý bromid meďnatý. Jeho výťažnosť bola 45,24%. Pripravili sme bezvodý jodid cínčitý. Jeho výťažnosť bola 56,75%. K stratám výsledných produktov došlo hlavne pri čistiacich a deliacich operáciách.