

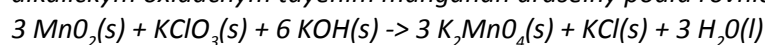
## Protokol č.5

Téma: *Príprava solí oxokyselín*

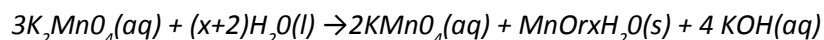
Úloha: *Príprava manganistanu draselného a jeho oxidačné vlastnosti*

Cieľ práce:

$KMnO_4$  v laboratóriu pripravíme dvojstupňovou syntézou. Najprv pripravíme na suchej ceste alkalickým oxidačným tavením mangánan draselný podľa rovnice:



Z mangánanu draselného pripravíme manganistan draselný disproportionačnou reakciou vo vodných roztokoch pôsobením kyselín alebo iných kyslo reagujúcich látok. Využíva sa pri tom vlastnosť mangánanu draselného, že je stály len v silno zásaditom prostredí, ale v neutrálnom prostredí sa rýchlo disproportionuje podľa rovnice:



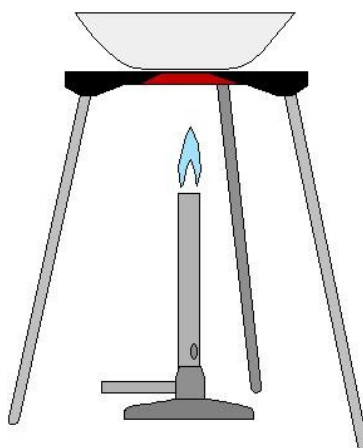
Preto napr. zavádzaním oxidu uhličitého do zásaditého roztoku mangánanu draselného zeleného sfarbenia, získaného vyluhovaním taveniny z vyššie uvedenej reakcie vodou, možno v dôsledku reakcie  $CO_2(g) + 2 KOH(aq) \rightarrow K_2CO_3(aq) + H_2O(l)$

Prípraviť manganistanu draselného:



Vylúčený, málo rozpustný hydratovaný oxid manganičitý sa z výsledného fialového roztoku oddelí filtráciou.

Nákres aparatury:



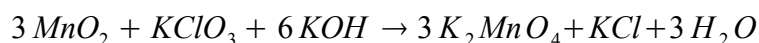
## Postup práce:

1. Podľa obrázka si zostavíme jednoduchú aparatúru
2. 2 g jemne rozotretého oxidu manganičitého opatrne vyžihame vo vyčistenej železnej miske; aby sa odstránili prítomné ľahko oxidovateľné alebo prchavé nečistoty, ktorých prítomnosť by vplyvom silnej oxidačnej schopnosti  $KClO_3$  mohla spôsobiť explóziu. Potom misku znovu vyčistíme, vyžihame, necháme vychladnúť a dáme do nej vypočítané množstvá tuhého  $KClO_3$  a  $KOH$ , ktorého pridáme v 40% nadbytku. Zmes opatrne zohrievame, až sa úplne roztaví. (Pozor! Pri príprave taveniny a práci s ňou používame ochranný štít!) Taveninu miešame železnou tyčinkou (ktorú si vopred vyžihame) a potom do nej za stáleho miešania pridávame po častiach, ale dostatočne rýchlo, vyžihavý oxid manganičitý. V priebehu tavenia oxidačnej zmesi, ako aj pridávania oxidu manganičitého zohrievanie železnú misku len svietivým plameňom, aby nedochádzalo k zbytočným stratám dikyslíka uvoľňovaného rozkladom chlorečnanu draselného. Oxidačnú zmes po pridaní celého množstva oxidu manganičitého za stáleho miešania intenzívne žiháme nesvietivým plameňom až do červeného žiaru. Stuhnutú zmes dôkladne vyžihame, kým nenadobudne tmavozelené sfarbenie po  $K_2MnO_4$ .
3. Po ochladení taveniny v železnej miske nalejeme na ňu horúcu vodu a misku opatrne zohrievame dovtedy, kým sa tavenina nerozpustí. Horúci roztok, obsahujúci často aj malé množstvo nezreagovaného oxidu manganičitého, prelejeme vo vyššej a užšej kadičky. Silno zásaditú reakciu vzniknutého roztoku znížime zavádzaním plynného oxidu uhličitého. Pôvodne tmavozelený roztok obsahujúci, mangánanové anióny sa vznikajúcimi manganistanovými iónmi farbí do fialova. Priebeh reakcie kontrolujeme tak, že sklenenou tyčinkou občas prenesieme kvapku roztoku na filtračný papier. Ak sa okolo fialovej škvrny na filtračnom papieri objaví zelený okraj, treba ešte pokračovať v zavádzaní oxidu uhličitého do roztoku. Reakcia je skončená, ak vznikne už len fialová škvrna, ktorá však po čase zhnedne (vznik  $MnO_2$ ).
4. Reakčnú zmes zahrejeme takmer do varu a prefiltrujeme cez fritový lievik. Filtrát prelejeme do odparovacej misky a necháme odparovať až do vzniku kryštalizačnej blany. Odfiltrovaný hydratovaný oxid manganičitý zatiaľ premývame na filtri dovtedy, kým premývacia voda nie je úplne bezfarebná. Hnedú zrazeninu predsušíme odsávaním v prúde vzduchu a nakoniec dosušíme v sušiarňi pri teplote  $105^\circ C$ .
5. Zahustený roztok  $KMnO_4$  prelejeme do kryštalizačnej misky a necháme kryštalizovať pri laboratórnej teplote. Fialové kryštáliky manganistanu draselného odsajeme na fritovom lieviku a vysušíme v sušiarňi pri teplote  $105^\circ C$ .
6. Dôkaz manganistanu draselného urobíme pomocou skúmavkovej reakcie. Roztok  $KMnO_4$  dáme do skúmavky, okyslíme kyselinou sírovou, pridáme kyselinu šťaveľovú a mierne zahrejeme. Dôjde k odfarbeniu roztoku v dôsledku reakcie.

## Namerané hodnoty:

Hmotnosť pripraveného manganistanu draselného :  $m = 2,1$  g (praktický výťažok PV)

## Výpočet výsledných hodnôt:



$$m(\text{MnO}_2) = 2 \text{ g} \quad \xi_1 = \frac{2 \text{ g}}{86,9364 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 3} = 0,007668 \text{ mol}$$

$$m(\text{KClO}_3) = \xi_1 \cdot \nu \cdot M = 0,939 \text{ g} + 40 \% = 1,315 \text{ g}$$

$$m(\text{KOH}) = \xi_1 \cdot \nu \cdot M = 2,581 \text{ g} + 40 \% = 3,613 \text{ g}$$

$$m(\text{K}_2\text{MnO}_4) = \xi_1 \cdot \nu \cdot M = 4,534 \text{ g}$$

$$m(\text{KMnO}_4) = \frac{m(\text{K}_2\text{MnO}_4)}{M(\text{K}_2\text{MnO}_4)} \cdot \nu \cdot M(\text{KMnO}_4) = 2,423 \text{ g teoretický výťažok TV}$$

relatívny výťažok RV :

$$RV = \frac{PV}{TV} = \frac{2,1 \text{ g}}{2,423 \text{ g}} = 0,8667 \cdot 100 = 86,67 \%$$

**Záver:** Výťažnosť reakcie pri príprave manganistanu draselného bola 86,67 %, K stratám došlo v dôsledku separačných operácií, a pri kryštalizácii.

**Úloha:** Meranie pH roztokov solí podliehajúcich hydrolyze

**Cieľ práce:**

Hydrolyza sa kvantitatívne hodnotí tzv. stupňom hydrolyzy, čo je podiel hydrolyzovaného látkového množstva a celkového látkového množstva rozpustenej soli. Stupeň hydrolyzy soli závisí od teploty a od zriedenia roztoku. Ak zvýšime v roztoku hydrolyzovanej soli koncentráciu jedného z produktov, t.j. iónov  $\text{H}_3\text{O}^+$  alebo  $\text{OH}^-$  (pridaním hydroxidu alebo kyseliny), posunie sa rovnováha hydrolyzy - hydrolyza sa potlačí.

Indikátory sú látky, ktoré menia farbu v závislosti od pH roztoku. Sú to slabé organické kyseliny alebo zásady, ktorých neionizovaná forma sa vyznačuje iným sfarbením ako ich ióny. Napr. fenolftaleín (slabá organická kyselina) je v kyslom prostredí v neionizovanej forme bezfarebný, ale v zásaditom prostredí jeho ióny sú červené.

Indikátory používame vo forme roztokov, alebo papierikov nasiaknutých týmito roztokmi, nazývaných indikátorové papieriky.

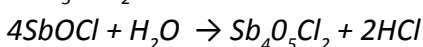
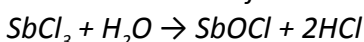
Určovanie pH sa môže robiť aj pomocou tzv. univerzálnych indikátorov, ktoré vznikajú zmiešaním vhodne zvolených indikátorov tak, aby svojimi farebnými zmenami pokryli určitú oblasť pH. Univerzálne indikátory pridáme (podobne ako jednotlivé indikátory) priamo do roztoku, ktorého pH chceme určiť a pritom sledujeme zafarbenie roztoku. Ak používame univerzálny indikátorový papierik, kvapneme na neho skúmaný roztok (sklenenou tyčinkou) a sledujeme zafarbenie papierika. Na presné stanovenie pH používame rôzne prístrojové zariadenia - pH metre.

**Postup práce:**

1. Do piatich skúmaviek dáme malé množstvo vodných roztokov solí:  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{MnSO}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ . Z každého roztoku sklenenou tyčinkou kvapneme na kúsok univerzálného indikátorového papierika (alebo lakmusového papierika),

položeného na hodinovom sklíčku. Potom do každej skúmavky kvapneme lakmus. Výsledky zapíšeme do tabuľky s týmito stĺpčkami: vzorec látky, zafarbenie indikátora (lakmusu, univerzálneho indikátorového papierika), očakávané pH a zistené pH.

- Do štyroch skúmaviek dáme roztok NaOH a do ďalších štyroch roztok HCl. Do každej skúmavky s NaOH a HCl pridávame postupne indikátory: fenolftaleín, metyloranž, metylčerveň a lakmus. Výsledky zapíšeme do tabuľky s týmito stĺpčkami: indikátor, farba v prostredí HCl, farba v prostredí NaOH.
- Do troch skúmaviek dáme roztoky HCl o rôznej koncentrácii: 1 M HCl, 0,1 M HCl a 0,01 M HCl. Zmerajme pH indikátorovým univerzálnym papierikom. Výsledky zapíšeme do tabuľky s týmito stĺpčkami: koncentrácia HCl, vypočítané pH, zistené pH. (Symbol M pre zloženú jednotku mol.dm<sup>-3</sup> je síce doteraz používaný, ale neoficiálny).
- Do skúmavky dáme malé množstvo roztoku SbCl<sub>3</sub>. Zriedime ho vodou. Vzniká biela zrazenina zásaditej soli:



K hydro lyzovanému roztoku SbCl<sub>3</sub> pridáme HCl až do rozpustenia zrazeniny.

Vysvetlite, čo spôsobilo pridanie HCl k roztoku ?

### Namerané hodnoty:

látka	očakávané pH	zistené pH
CH <sub>3</sub> COONa	7	7
NH <sub>4</sub> Cl	<7	2
MnSO <sub>4</sub>	<7	5

	HCl	NaOH
Metylčerveň	ružovočervená	žltá
Fenolftaleín	biela	ružovofialová
Lakmus	svetloružová	fialová
Metyloranž	červená	žltá

koncentrácia HCl	vypočítané pH	namerané pH
1 M	0	0,20
0,1 M	1	1,18
0,01 M	2	1,99

**Záver:** Použitím indikátorových papierikov, indikátorov a pH – metra sme zistili pH zadaných roztokov solí. Prípadné farebné odchýlky pri použití indikátorov mohli byť spôsobené ich znečistením.