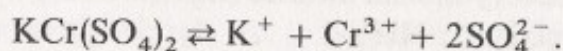


SOLE PODWÓJNE I KOMPLEKSOWE

ĆWICZENIA

Ałun chromowo-potasowy $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

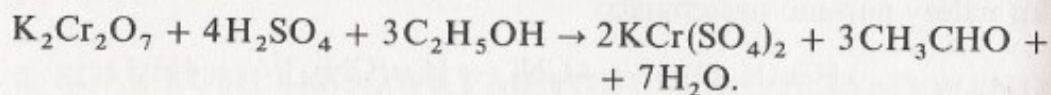
Ałun chromowo-potasowy, według nazewnictwa systematycznego — 12·hydrat siarczanu(VI) chromu(III) i potasu, jest solą podwójną, tworzącą ciemnozielone kryształy w kształcie podwójnych piramid, o gęstości $\rho = 1,83 \text{ g/cm}^3$, topiące się w temperaturze 83°C . Dobrze rozpuszczalny w wodzie (24 g ałunu w 25°C , a 50 g ałunu w 100°C w 100 g wody) dysocjuje zgodnie z równaniem:



Ałun chromowo-potasowy można otrzymać przez krystalizację z roztworów zawierających równomolowe ilości siarczanu(VI) potasu i siarczanu(VI) chromu(III) lub przez redukcję dwuchromianu(VI) potasu w środowisku kwasu siarkowego(VI) za pomocą reduktorów, takich jak: dwutlenek siarki, kwas szczawiowy, alkohol etylowy i innych, których produkty utlenienia są dobrze rozpuszczalne w wodzie.

Otrzymywanie siarczanu(VI) chromu(III) i potasu z dwuchromianu(VI) potasu

W roztworze wodnym przez działanie na dwuchromian(VI) potasu kwasem siarkowym(VI) i alkoholem etylowym, jako reduktorem, otrzymuje się siarczan(VI) chromu(III) i potasu i aldehyd octowy. Reakcja przebiega zgodnie z równaniem:



Sprzęt:

Zlewka lub parownica na 250 cm^3
Naczynia na wodę z lodem
Cylinder miarowy na 250 cm^3 i na 25 cm^3
Wkrapłacz lub rozdzielacz na $50 - 100 \text{ cm}^3$
Zestaw do ogrzewania
Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem
Termometr do 100°C
Bagietka szklana
Probówki

Statyw żelazny z łapą do umocowania wkraplacza

Lejek sitowy z sączkiem z bibuły lub lejek z płytką z porowatego szkła nr 1

Odczynniki:

Dwuchromian(VI) potasu — 20 g
Kwas siarkowy(VI), roztwór 3-molowy (1 + 5) — 150 cm^3
Alkohol etylowy 96% — 30 cm^3
Amoniak, roztwór 1-molowy

Wykonanie:

W zlewce lub parownicy zawierającej 150 cm³ 3-molowego roztworu kwasu siarkowego(VI) rozpuścić 20 g dwuchromianu(VI) potasu (w razie potrzeby ogrzewając na siatce — przypis s. 8). Otrzymany roztwór ochłodzić wodą z lodem do ok. 10°C, a następnie mieszając roztwór bagietką powoli wkraplać z wkraplacza 15 cm³ alkoholu etylowego. Po zakończeniu reakcji intensywnie zielony roztwór pozostawić do krystalizacji w niskiej temperaturze.

Wydzielone kryształy odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku sitowym z sączkiem z bibuły lub na lejku z płytką z porowatego szkła i przepłukać 3—5 cm³ zimnej wody. Przesącz przelać do zlewki i zagęścić do 1/2 objętości ogrzewając na siatce pod wyciągiem laboratoryjnym, gdyż wraz z wodą odparuje z roztworu **trujący** aldehyd octowy.

Zagęszczony roztwór pozostawić do wykrystalizowania drugiej frakcji.

Kryształy obydwu frakcji połączyć, przemyć resztą alkoholu etylowego na lejku sitowym, a następnie wysuszyć w temperaturze pokojowej.

Suchy preparat zważyć i obliczyć wydajność.

Badanie właściwości otrzymanego preparatu

1. Kilka kryształów preparatu rozpuścić w wodzie i zanotować zabarwienie otrzymanego roztworu

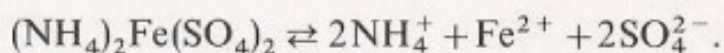
2. Część otrzymanego roztworu, ok. 1—2 cm³, wlać do probówki i dodać kroplami 1—2 cm³ 1-molowego roztworu amoniaku. Obserwować zmiany zachodzące w roztworze. Napisać reakcje.

3. Za pomocą uniwersalnego papierka wskaźnikowego zbadać odczyn roztworu preparatu.

6·Hydrat siarczanu(VI) amonu i żelaza(II) (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O

6·Hydrat siarczanu(VI) amonu i żelaza(II), znany również pod tradycyjną nazwą soli Mohra, jest jednym z nielicznych względnie trwałych związków żelaza(II). Tworzy zielone, przezroczyste kryształy dobrze rozpuszczalne w wodzie (26,9 g tej soli rozpuszcza się w 100 g wody w 20°C).

W roztworach wodnych sól Mohra dysocjuje zgodnie z równaniem:



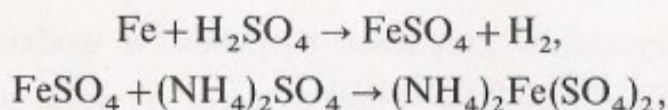
Rozcieńczone roztwory soli Mohra są prawie bezbarwne, bardziej stężone mają zabarwienie lekko zielonkawe.

Obecność jonów Fe^{2+} w roztworach siarczanu(VI) amonu i żelaza(II) powoduje, że mają one właściwości redukujące.

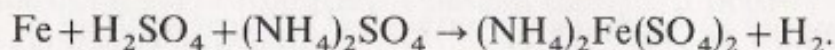
Sól Mohra można otrzymać przez krystalizację z roztworów zawierających równomolowe ilości siarczanu(VI) żelaza(II) i siarczanu(VI) amonu lub działając na żelazo metaliczne niezbyt stężonym kwasem siarkowym(VI), a po zakończeniu reakcji dodając niewielki nadmiar siarczanu(VI) amonu. Z otrzymanego roztworu krystalizuje sól Mohra.

Otrzymywanie soli Mohra z żelaza metalicznego

Do reakcji kwasu siarkowego(VI) z metalicznym żelazem używa się żelaza w postaci drutu, opiłków lub małych gwoździków (patrz otrzymywanie siarczanu(VI) żelaza(II) s. 113); powierzchnia metalu musi być odtłuszczona. Reakcja otrzymywania soli Mohra przebiega w dwóch etapach:



co można zapisać równaniem sumarycznym:



W metodzie tej kwas siarkowy(VI) i siarczan(VI) amonu są stosowane w niewielkim nadmiarze.

Sprzet:

2 zlewki na 150 — 250 cm³
 Cylinder miarowy na 50 cm³
 Zestaw do ogrzewania
 Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem
 Lejek sitowy z sączkiem z bibuły lub lejek z płytką z porowatego szkła nr 1
 Bagietka szklana
 Probówki

Odczynniki:

Żelazo (odtłuszczony drut, opiłki) — 10 g
 Kwas siarkowy(VI), ok. 3,6-molowy roztwór (1:5) — 50 cm³
 Siarczan(VI) amonu — 25 g
 Alkohol etylowy 80% — 25 g
 Amoniak, 1-molowy roztwór
 Kwas siarkowy(VI), 1-molowy roztwór
 Manganian(VII) potasu, 0,01-molowy roztwór

Wykonanie:

Do zlewki zawierającej 50 cm³ ok. 3,6-molowego roztworu kwasu siarkowego(VI) dodać 10 g żelaza i ogrzewać niezbyt mocno, aż żelazo nieomal zniknie (na dnie zlewki pozostaje zwykle czarny osad nierozpuszczonego węgla). Roztwór przesączyć na gorąco, ogrzać prawie do wrzenia i dodać do niego gorący roztwór 25 g (NH₄)₂SO₄ w 50 cm³ wody. Klarowną ciecz pozostawić do krystalizacji.

Powstałe kryształy siarczanu(VI) amonu i żelaza(II) odsączyć na lejku sitowym lub na lejku z porowatą płytką szklaną, przepłukać ok. 80% alkoholem etylowym i wysuszyć w temperaturze pokojowej. Zagęścić przesącz i wykrystalizować drugą frakcję. Obydwie frakcje zważyć i obliczyć wydajność. Przechowywać w szczelnie zamkniętym słoiku.

Badania właściwości otrzymanego preparatu

1. Około 0,5 g preparatu rozpuścić w 20 cm³ wody i zanotować zabarwienie otrzymanego roztworu.

2. 2—3 cm³ otrzymanego w p. 1 roztworu wlać do probówki i dodawać do niego kroplami 1-molowy roztwór amoniaku. Zanotować zabarwienie powstającego osadu oraz napisać równanie reakcji.

3. Około 5 cm³ roztworu otrzymanego w p. 1 zakwasić 1 cm³ 1-molowego H₂SO₄, a następnie dodawać kroplami roztwór KMnO₄, aż do lekko różowego zabarwienia, obserwując odbarwianie się kolejno dodawanych kropel roztworu KMnO₄. Następnie do otrzymanego roztworu dodać kroplami 2 cm³ lub nieco więcej 1-molowego roztworu amoniaku, aż do wytrącenia się osadu. Jaka jest barwna tego osadu i o czym to świadczy?