

Synteza $(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

1. Zakres materiału

Podstawowe czynności w laboratorium chemicznym. Pojęcia: Krystalizacja. Stężenia procentowe, rozcieńczanie. Uzgadnianie reakcji chemicznych oraz obliczenia stechiometryczne, wydajność reakcji. Sole podwójne.

Proponowane podręczniki:

1. Praca zbiorowa pod red. A. Śliwy, *Obliczenia chemiczne*, zbiór zadań, rozdz. 7,8
2. H. Całus, *Podstawy obliczeń chemicznych*, rozdz. 5, 6, 8

2. Wprowadzenie do preparatyki chemicznej

Preparatykę związków nieorganicznych przeprowadza się na ogół w roztworach wodnych. Roztworem nazywamy fizycznie jednorodną mieszaninę dwu- lub wieloskładnikową o rozdrobnieniu cząstek mniejszym niż 1 nm. Rozpuszczalnikiem nazywamy ten składnik roztworu, którego stężenie (ułamek molowy) znacznie przewyższa stężenia (ułamki molowe) pozostałych składników roztworu.

Każde ciało stałe wykazuje w danej temperaturze charakterystyczną rozpuszczalność tj. maksymalną ilość substancji, którą można rozpuścić w określonej ilości rozpuszczalnika, otrzymując roztwór nasycony. Roztwór nazywamy nasyconym w danej temperaturze, gdy pozostaje on w równowadze z rozpuszczoną substancją stałą. Zmiana temperatury powoduje zawsze zmianę rozpuszczalności ciał stałych w cieczach. Najczęściej rozpuszczalność wyrażana jest w g/dm^3 rozpuszczalnika lub $\text{g}/100\text{g}$ rozpuszczalnika.

Stosowane są różne sposoby określenia ilościowego składu roztworu. Najczęściej wyraża się je w procentach wagowych substancji rozpuszczonej w 100 g roztworu, w liczbach moli substancji rozpuszczonej w 1 dm^3 roztworu (stężenie molowe) lub w ułamkach molowych składników roztworu. Stężenie molowe oznacza się symbolem M np. roztwór chlorku sodu o stężeniu $1 \text{ mol}/\text{dm}^3$ jest 1M NaCl. Sporządzanie roztworów o określonym stężeniu polega najczęściej na odważeniu odpowiedniej ilości substancji i rozpuszczeniu jej w rozpuszczalniku do uzyskania odpowiedniej ilości roztworu lub rozcieńczeniu wcześniej przygotowanego roztworu o większym stężeniu.

Sole takie jak np.: Ag_2CrO_4 , PbI_2 , $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ należą do trudno rozpuszczalnych i wytrącają się z roztworu w postaci drobnokrystalicznego lub bezpostaciowego osadu często trudnego do sączenia. Powstawaniu osadu grubokrystalicznego przeważnie sprzyja prowadzenie wytrącania na gorąco z roztworów rozcieńczonych (PbI_2) lub ogrzewanie wytrąconego osadu w roztworze macierzystym (BaSO_4) przez określony czas. Łatwiej rozpuszczalne związki [np. siarczan amonowo-niklowy $(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, sól Mohra $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ałun chromowo-potasowy $\text{K}_2\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$] można otrzymać w postaci dobrze wykształconych kryształów, prowadząc powoli krystalizację z roztworu nasyconego. Dla zapoczątkowania krystalizacji do roztworu nasyconego należy wrzucić dobrze wykształcony kryształek danej substancji. Właściwie przeprowadzony proces krystalizacji prowadzi zwykle do uzyskania dużych, dobrze wykształconych kryształów.

3. Wykaz odczynników i materiałów

NiCO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, stężony H_2SO_4 , etanol, woda destylowana, zlewka na 250ml (3 szt), tryskawka, lejek Buchnera, bibuła filtracyjna.

4. Wykonanie ćwiczenia

Siarczan (VI) amonu i niklu(II) $(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ można otrzymać z węglanu niklu (II), przeprowadzając go w siarczan(VI) niklu za pomocą kwasu siarkowego(VI). Tak otrzymany NiSO_4 należy mieszać ze stechiometrycznie obliczoną ilością siarczanu(VI) amonu i pozostawić do krystalizacji. Z roztworu wydzielają się ładne ciemnozielone kryształy soli podwójnej.

- a) przygotować ok. 16% roztwór kwasu siarkowego w ilości 100ml poprzez rozcieńczenie stężonego kwasu siarkowego (98%, $d = 1.84 \text{ g/cm}^3$) wodą destylowaną używając jako naczyń miarowych menzurki. Wyniki wpisać poniżej:

Obliczona ilość stęż. H_2SO_4 ml

Obliczona ilość wody dest.ml

Odmierzona ilość stęż. H_2SO_4 ml

Odmierzona ilość wody dest.ml

Uzyskane stężenie kwasu siarkowego %

- b) odważyć na wadze technicznej 10 g NiCO_3 w zlewce na 250 ml (z dokładnością do 0.1 g) i dolać do zlewki 50 ml wody destylowanej. Mieszaninę podgrzać do ok. 50°C .

- c) do odważonej ilości NiCO_3 wlewać stopniowo 16% kwas siarkowy, do całkowitego rozpuszczenia węglanu.

Naważka NiCO_3 :g

- d) obliczyć konieczną do syntezy ilość (z dokładnością do 0.1 g) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ i odważyć preparat w zlewce na 250 ml, rozpuścić w możliwie najmniejszej ilości wody destylowanej i wlać tak przygotowany roztwór do roztworu NiSO_4 .

Naważka $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$:g

- e) pozostawić tak przygotowaną mieszaninę do krystalizacji na ok. 15 minut. Jeśli nie nastąpi wytrącenie osadu do roztworu dodać ok. 20 ml etanolu.

- f) odsączyć wydzielony osad na lejku Büchnera, przemyć niewielką ilością zimnej wody destylowanej (5 ml) a następnie etanolem (20 ml). Pozostawić na bibule do wyschnięcia.

- g) zważyć uzyskany preparat na wadze technicznej.

Masa $(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ g

Wydajność syntezy:g

- h) pobrać niewielką ilość uzyskanego preparatu i zadać kilkoma kroplami 2-5 M NaOH. Zaobserwować zachodzące zmiany oraz zapach roztworu. Zapisać poniżej zachodzące reakcje odpowiednim równaniem.