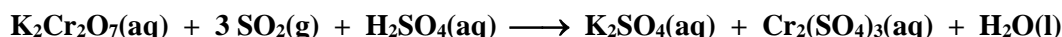


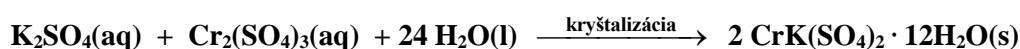
Príprava dodekahydrátu síranu draselno-chromitého – Postup práce

Kamence sú podvojný sírany všeobecného vzorca $E^I M^{III}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, ktoré obsahujú katióny E^I a M^{III} a kryštalizujú ako dodekahydráty. Kamence môžu obsahovať katióny $E^I = \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}, \text{Ag}, \text{Tl}$ a NH_4 a $M^{III} = \text{Al}, \text{Fe}, \text{Cr}, \text{Mn}, \text{Ga}, \text{In}, \text{Ti}$ a V . V kryštalickom stave obsahujú kamence katióny $[E^I(\text{H}_2\text{O})_6]^+$ (okrem NH_4) a $[M^{III}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ a síranové anióny. Vznikajú v danom zložení aj z roztokov, ktorých zloženia sa v určitom rozmedzí odchyľuje od stechiometrického. Kamence sú izoštruktúrne látky a vzájomne vytvárajú zmesové kryštály, v ktorých možno kontinuálne meniť obsah jednotlivých zložiek.

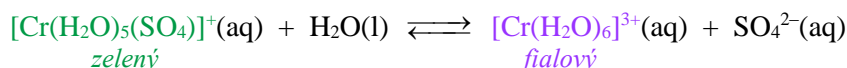
Dodekahydrát síranu draselno-chromitého je tmavofialová kryštalická látka rozpustná vo vode. Na suchom vzduchu postupne zvetráva a pri zohrievaní postupne stráca kryštalovú vodu. Možno ho pripraviť redoxnou reakciou dichrómanu didraselného s oxidom siričitým v prítomnosti kyseliny sírovej.



Zo získaného roztoku pomalou kryštalizáciou za niekoľko dní vykryštalizuje dodekahydrát síranu draselno-chromitého vo forme tmavofialových kryštálov.



V priebehu kryštalizácie sa sfarbenie pôvodne tmavozeleného roztoku postupne mení z tmavozeleného na fialové, čo súvisí s rovnováhou



Uvedená rovnováha sa ustáľuje len pomaly a závisí od teploty. Zvýšením sa uprednostňuje vznik zeleného sulfátokomplexu a preto aj pri rozpúšťaní fialového kamenca v teplej vode dostávame zelené roztoky, kým pri rozpúšťaní v chladnej vode ostáva roztok fialový.

Úloha

Pripravte dodekahydrát síranu draselno-chromitého z 3,00 g dichrómanu didraselného.

Chemikálie

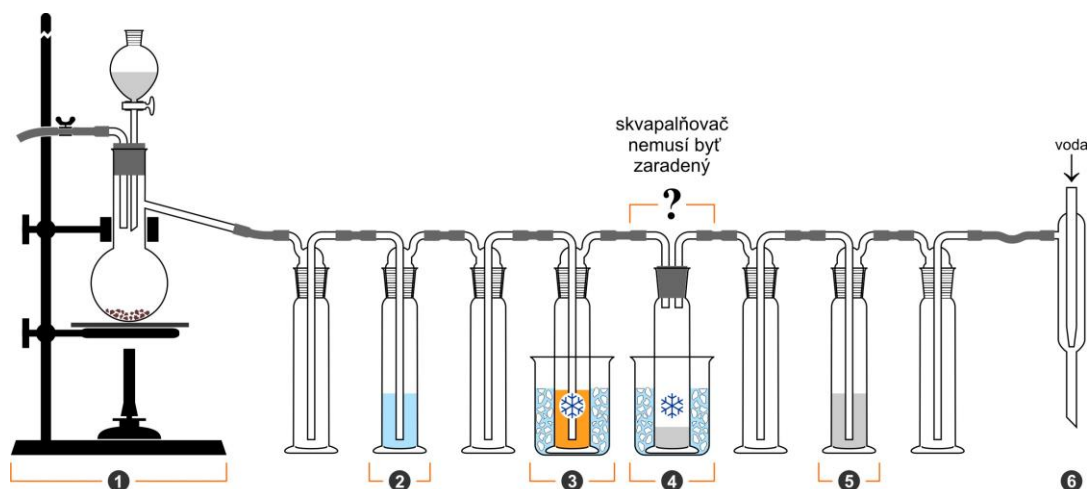
- dichróman didraselný, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, oranžová kryštalická látka
- oxid siričitý, SO_2 , bezfarebný plyn
- kyselina sírová, H_2SO_4 , koncentrovaný vodný roztok, $w = 0,960$

☠ Karta bezpečnostných údajov pre dichróman didraselný udáva tieto zdravotné riziká: karcinogenita, mutagenita zárodočných buniek, reprodukčná toxicita, oxidujúca tuhá látka, akútna toxicita (vdychovaním, kožou, orálne), toxicita pre špecifický cieľový orgán, žieravosť kože, respiračná senzibilizácia, senzibilizácia kože, akútna vodná toxicita, chronická vodná toxicita. Práca s dichrómanom didraselným je preto (podľa súčasnej legislatívy) povolená len školeným pracovníkom. Študenti môžu v laboratóriu pracovať len s vopred pripraveným roztokom, ktorý im priamo do premývačky „načapuje“ učiteľ.

- Ako zneškodníme nespotrebovaný dichróman didraselný?

Postup

Zo zásobnej fľaše automatickou byretou odmerá učiteľ každej pracovnej skupine priamo do zábrusovej premývačky potrebné množstvo 10,0% vodného roztoku dichrómanu didraselného. K tomuto roztoku pridáme koncentrovanú kyselinu sírovú v 50% nadbytku vzhľadom na stechiometriu reakcie a premývačku s reakčnou zmesou zapojíme do pripravovanej aparatury (obr. 1).



Obr. 1 Aparatúra na prípravu síranu draselno-chromitého.

1 – vyvíjač plynu, 2 – filter (voda), 3 – reaktor, 4 – skvapalňovač,
5 – absorbér (15% roztok NaOH), 6 – vodná výveva (nie pumpa!).

Vo vyvíjači oxidu siričitého začneme pripravovať oxid siričitý a miernym podtlakom usmerňujeme prúdenie oxidu siričitého z vyvíjača do reakčnej nádoby. Keď prvé podiely oxidu siričitého dosiahnu reakčnú zmes, sfarbenie reakčnej zmesi sa začne meniť z oranžového na tmavohnedé. Reakčnú zmes začneme chladit' tak, že premývačku s reaktantami ponoríme do kadičky so studenou vodou. V prípade potreby chladiacu vodu v kadičke vymieňame. Chladenie reakčnej zmesi je potrebné z dvoch dôvodov:

- Reakcia je exotermická, reakčná zmes sa dosť silno zohrieva, čo by podľa princípu pohyblivej rovnováhy viedlo k nižšiemu výťažku produktu.
- Rozpustnosť plynov s rastúcou teplotou prudko klesá, preto je potrebné chladením dosiahnuť dostatočné rozpúšťanie oxidu siričitého v reakčnej zmesi.

Poznámka: Chladenie treba začať v správnom okamihu, lebo rozpustnosť dichrómanu so znižovaním teploty klesá a predčasné, príp. príliš intenzívne chladenie by viedlo ku kryštalizácii dichrómanu v reakčnej zmesi.

Využitie oxidu siričitého pri tejto syntéze je asi 40 %. Nezreagovaný oxid siričitý odvádzame do absorbéra, v ktorom sa zneškodňuje reakciou s hydroxidom sodným. Koniec reakcie sa prejaví intenzívnym tmavozeleným sfarbením reakčnej zmesi, bez náznaku prítomnosti žltoranžového sfarbenia v tenkej vrstve roztoku pri stenách nádoby. Po skončení reakcie opatrne pridáme do frakčnej banky vodu, čím definitívne zastavíme vývoj oxidu siričitého. Otvoríme poistný kohút na prikvapkávacom lieviku a prúdením vzduchu odstránime z aparatury zbytky oxidu siričitého a zároveň aparatúru čiastočne ochladíme. Po krátkom presávaní vzduchu môžeme aparatúru rozobrať. Reakčnú zmes prelejeme do kadičky a v digestóriu ju zohrejeme do varu, aby sa z nej vypudil prebytočný oxid siričitý. Získaný roztok necháme kryštalizovať niekoľko dní v kadičke prikrytej hodinovým sklom.

- Napíšte chemickú rovnicu zneškodnenia oxidu siričitého v absorbéri.