

PREPARATYKA ZWIĄZKÓW NIEORGANICZNYCH I ORGANICZNYCH

Obowiązujące zagadnienia:

Wydajność praktyczna i teoretyczna reakcji, wydajność literaturowa, obliczanie wydajności reakcji, roztwarzanie metali, reakcja estryfikacji (typy) i zobojętniania estrów, estry, techniki oczyszczania związków chemicznych, związki kompleksowe.

Zadania do wykonania:

Wykonanie syntezy **dwóch wskazanych przez prowadzącego związków** (nieorganicznego, organicznego lub prostego kompleksu). Obliczenie wydajności praktycznej i teoretycznej obu reakcji chemicznych.

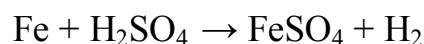
Wykonanie ćwiczenia:

1. Otrzymywanie siarczanu (VI) żelaza (II).

Odczynniki: stężony kwas siarkowy (VI), pył żelaza, woda destylowana

Sprzęt: cylinder miarowy, zlewki, krystalizator, lejek prosty, kolba ssawkowa, lejek Büchnera, statyw, trójnóg, siatka ceramiczna, palnik, bibuła filtracyjna

Rozpuszczając żelazo w kwasie siarkowym (VI) otrzymuje się siarczan (VI) żelaza (II):



Przygotować roztwór **kwasu siarkowego (VI)**: w tym celu odmierzyć cylindrem miarowym 5 ml stężonego kwasu siarkowego (VI) i rozcieńczyć go wodą destylowaną w stosunku objętościowym 4:1 (jedna objętość kwasu i 4 objętości wody - **uwaga!** kwas siarkowy (VI) wlewać do wody, a nie odwrotnie).

Okolo 5 g **pyłu żelaza** zalać w zlewce otrzymanym kwasem siarkowym (VI). **Roztworzenie żelaza należy przeprowadzić pod wyciągiem**. Po zakończeniu wydzielania się wodoru (żelazo powinno pozostać w nadmiarze) zawartość zlewki ogrzać do wrzenia, przesączyć na gorąco (**szybko**) do zlewki i pozostawić do krystalizacji. Wykrystalizowany osad siarczanu (VI) żelaza (II) odsączyć na lejku sitowym Büchnera, przemyć małą ilością wody i starannie ją odciągnąć. Otrzymane kryształy $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ wysuszyć na bibule filtracyjnej w temperaturze pokojowej, po czym zważyć otrzymany osad.

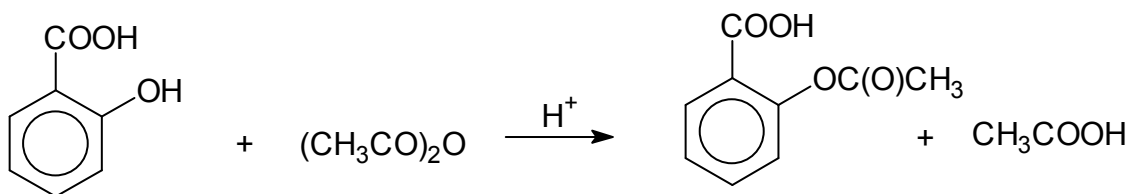
Jakie procesy należało przeprowadzić w celu oczyszczenia produktów tej reakcji? Dlaczego otrzymany osad powinno suszyć się w temperaturze pokojowej? Obliczyć wydajność praktyczną i teoretyczną reakcji.

Uwaga! Przy obliczaniu wydajności należy pamiętać, że utworzony produkt jest uwodniony, a do reakcji użyto żelaza w nadmiarze.

2. Otrzymywanie kwasu acetylosalicylowego (Aspiryna).

Odczynniki: stężony kwas siarkowy (VI), kwas salicylowy, bezwodnik octowy, alkohol etylowy, woda destylowana

Sprzęt: kolba stożkowa 50 ml, pipeta, bagietka, duży krystalizator na łaźnię wodną, termometr, zlewka, lejek prosty, kolba ssawkowa, lejek Büchnera, bibuła filtracyjna, krystalizator, statyw, trójnóg, siatka ceramiczna, palnik



Do kolby stożkowej o pojemności 50 ml wprowadza się 2 g **kwasu salicylowego**, dodaje się **ostrożnie!** dwie krople stężonego **kwasu siarkowego (VI)** i 3 g przedestylowanego **bezwodnika octowego**. Zawartość kolby ogrzewa się około 15 min. na łaźni wodnej, do temperatury 50-60 °C przy mieszaniu bagietką. Mieszaninę reakcyjną pozostawia się do ochłodzenia, po czym zawartość kolby wylewa się do 30 ml wody, dokładnie miesza, odsącza wytrącony osad i suszy. Surowy produkt rozpuszcza się w 10 ml gorącego **alkoholu etylowego** i roztwór przesącza na gorąco. Przesącz wlewa się do 20 ml gorącej wody i pozostawia do krystalizacji. Jeżeli po wlaniu do gorącej wody wytrąci się osad, należy zawartość kolby ogrzać do uzyskania klarownego roztworu. Osad po krystalizacji odsącza się na lejku sitowym Büchnera, suszy na powietrzu i waży.

Powyższa reakcja jest typowym przykładem reakcji estryfikacji. Jakie warunki „zewewnętrzne” musiały być zachowane, aby mogła zajść ta reakcja? Czym różni się reakcja estryfikacji od typowej dla kwasów i zasad reakcji zobojętniania? Jakie procesy należało przeprowadzić w celu oczyszczenia substratów wziętych do reakcji oraz produktów tej reakcji?

Obliczyć wydajność praktyczną i teoretyczną otrzymywania aspiryny.

3. Siarczan tetraaminamiedzi (II) -[Cu(NH₃)₄]SO₄·H₂O

Odczynniki: siarczan (VI) miedzi (II), stężony NH₃, etanol, woda destylowana, lód

Sprzęt: moździerz, zlewki, bibuła filtracyjna, sączonek karbowany, bagietka, pipeta, łaźnia z lodem, kolba ssawkowa, lejek Büchnera

Rozetrzeć dokładnie w moździerze 5 g krystalicznego **siarczanu miedzi (VI)** (CuSO₄·5H₂O), przenieść do małej zlewki i rozpuścić w mieszaninie 5 ml **wody** i odpowiedniej objętości **stężonego amoniaku** (stężony amoniak dodawać aż do całkowitego rozpuszczenia jasnoniebieskiego osadu; 9-10 ml). Roztwór przesączyć przez sączonek karbowany z bibuły filtracyjnej do małej zlewki. Następnie, ciągle mieszając roztwór, dodać kroplami 10 ml **alkoholu etylowego**. Roztwór pozostawić do krystalizacji w łaźni z lodem na 15 minut. Wydzielone kryształy odsączyć na lejku sitowym Büchnera i przemyć osad 10 ml mieszaniny (1:1) etanolu i stężonego amoniaku, a następnie 10 ml samego **etanolu**. Otrzymane kryształy rozłożyć na bibule i wysuszyć na powietrzu w temperaturze pokojowej.

Preparat należy zważyć i obliczyć wydajność teoretyczną i praktyczną.

Uwaga! Przy obliczaniu wydajności należy pamiętać, że substrat reakcji oraz utworzony produkt jest uwodniony.

Literatura:

- [1] L. Pajdowski, „Chemia ogólna”, PWN, Warszawa, 1997
- [2] R. T. Morrison, R. M. Boyd, „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa, 2012
- [3] John McMurry, „Chemia organiczna. Tomy 1-5,” Wydanie: trzecie, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2007/2010
- [4] A. Bielański, „Chemia ogólna i nieorganiczna”, PWN, Warszawa, 1979
- [5] A. Bielański, „Podstawy chemii nieorganicznej”, PWN, Warszawa, 2010
- [6] M. Cieślak-Golonka, J. Starosta, M. Wasielewski, „Wstęp do chemii koordynacyjnej” Wydawnictwo Naukowe PWN, 2014