



UMCS

UNIWERSYTET MARII CURIE-SKŁODOWSKIEJ W LUBLINIE

Wydział Chemii

Zakład Chemii Nieorganicznej

Chemia nieorganiczna
Chemia sp. Chemia kryminalistyczna

PREPARATYKA I BADANIE CZYSTOŚCI
ZWIĄZKÓW MAGNEZU



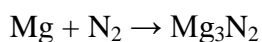
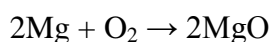
Ogólna charakterystyka pierwiastka

Magnez jest jednym z najpospolitszych pierwiastków chemicznych występujących na Ziemi. Duża reaktywność tego pierwiastka powoduje, że nie występuje on w przyrodzie w stanie wolnym, natomiast znaleźć go można w skorupie ziemskiej pod postacią minerałów: peryklazu MgO , dolomitu $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$, magnezytu MgCO_3 , kizerytu $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, karnalitu $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kainitu $\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, oliwinu $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$, czy serpentynu $\text{Mg}_6(\text{OH})_8\text{SiO}_{10}$. Inne miejsca występowania magnezu to woda morska oraz tkanki roślinne, w których pierwiastek ten powiązany z ligandem porfirynewym tworzy chlorofil – związek kompleksowy magnezu, dzięki któremu zachodzi proces fotosyntezy.

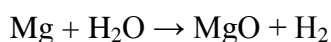
Ten położony w drugiej grupie układu okresowego pierwiastek jest srebrzystobiałym lekkim i stosunkowo miękkim metalem, który staje się kowalny w wysokiej temperaturze, dość łatwo utlenia się na powietrzu i jest dobrym przewodnikiem elektryczności.

Magnez jest metalem bardzo reaktywnym. Powoli reaguje z gorącą wodą ($>70\text{ C}$), tworząc wodorotlenek magnezu. Pierwiastek ten jest całkowicie odporny na działanie alkaliów, natomiast energicznie reaguje z kwasami, z wytworzeniem odpowiednich soli i wydzielaniem wodoru. Magnez nie reaguje jednak z kwasem fluorowodorowym. Podobnie jak w przypadku glinu, proces korozji magnezu zatrzymywany jest przez pasywację - na powietrzu na powierzchni metalu tworzy się ochronna warstwa jego tlenku lub wodorotlenku. Dlatego też przed działaniem HF chroni ten pierwiastek powstająca na powierzchni metalu pasywacyjna warstwa trudnorozpuszczalnego fluorku magnezu.

Na powietrzu magnez spala się oślepiającym białym płomieniem. Produktem głównym tej reakcji jest tlenek magnezu, któremu towarzyszy powstawanie azotku magnezu:



Spalanie magnezu podtrzymywane jest także w atmosferze pary wodnej i CO_2 :



Po podgrzaniu magnez rozpuszcza się w metanolu i etanolu, tworząc odpowiednie alkoholany magnezu. Reakcje te inicjowane są przez jod, a inhibitowane przez wodę (w ilości powyżej 1%). Magnez reaguje też z halogenkami organicznymi, tworząc związki Grignarda, w których łączy się bezpośrednio z atomami węgla „organicznego”. Służą one w syntezie organicznej

jako reaktywne związki przejściowe, umożliwiające syntezę związków trudnych do otrzymania w inny sposób.

Najważniejsze związki nieorganiczne magnezu to tlenek MgO, wodorotlenek Mg(OH)₂ oraz sole. Roztwory wodne, w których występuje duże stężenie jonów Mg²⁺ mają zazwyczaj gorzki smak.

Rola magnezu w przyrodzie i organizmie człowieka

Magnez wchodzący w skład chlorofilu jest podstawowym elementem procesu fotosyntezy. Niedobór tego pierwiastka u roślin przyczynia się do więdnienia, chlorozy i nekrozy liści, co powoduje zaburzenia procesu fotosyntezy.

U człowieka ponad połowa magnezu znajduje się w kościach, reszta rozmieszczona jest w mięśniach szkieletowych, układzie nerwowym i w narządach o dużej aktywności metabolicznej, takich jak: mięsień sercowy, wątroba, przewód pokarmowy, nerki, gruczoły wydzielania wewnętrznego i zewnętrznego, czy układ hemolimfatyczny. Rola tego pierwiastka jest kluczowa dla prawidłowego funkcjonowania organizmu człowieka. Magnez bierze udział w procesie skurczu mięśni, utrzymuje prawidłowe ciśnienie osmotyczne krwi, wpływa na pobudliwość nerwowo-mięśniową (jest antagonistą wapnia), stabilizuje płytki krwi i fibrynogen w procesie krzepnięcia krwi, stymuluje mechanizmy obronne organizmu, wpływa na prawidłowy rozwój układu kostnego, wywiera działanie uspokajające. Prawidłowa suplementacja magnezu zapobiega też stresom, bólom i zawrotom głowy. Pierwiastek ten jest niezbędny do prawidłowego metabolizmu wapnia i witaminy C, bierze również udział w syntezie białek, enzymów oraz przemianach energetycznych cukru we krwi.

Zapotrzebowanie na magnez u osób dorosłych wynosi 300-400 mg na dobę i chociaż w naturalnym środowisku pierwiastek ten bogato występuje w spożywanych przez człowieka pokarmach, jest go coraz mniej w wyniku nawożenia chemicznego gleby związkami zawierającymi potas oraz stosowania nadmiernej ilości konserwantów żywności. Inne przyczyny niedoboru magnezu u ludzi to nadużywanie alkoholu, picie kawy, stosowanie hormonalnych środków antykoncepcyjnych, stres, spożywanie nadmiernych ilości tłuszczów, niewydolność nerek. Magnez bierze udział w bardzo licznych procesach zachodzących w organizmie ludzkim, dlatego zakres objawów jego niedoboru jest bardzo szeroki. Nadmiar tego pierwiastka u ludzi jest usuwany przez nerki, dlatego występuje znacznie rzadziej, prowadząc głównie do zaburzeń układu krwionośnego.

Preparatyka chemiczna

Preparatyka chemiczna to dział chemii, obejmujący otrzymywanie, wyodrębnianie i oczyszczanie pierwiastków i związków chemicznych w skali laboratoryjnej. Metody oczyszczania otrzymanych preparatów to głównie adsorpcja, chromatografia preparatywna, ekstrakcja, destylacja, destylacja z parą wodną, krystalizacja i rekrytalizacja oraz resublimacja.

Tradycyjnie rozróżnia się preparatykę organiczną i nieorganiczną. Preparatykę związków nieorganicznych przeprowadza się na ogół w roztworach wodnych.

Literatura

1. Pod red. Hieronim Maciejewski, Jacek Guliński, Ćwiczenia laboratoryjne z chemii nieorganicznej, Wyd. UAM, Poznań 2003.
2. Janusz Supniewski, Preparatyka nieorganiczna, PWN, Warszawa 1958.
3. Julian Gałęcki, Preparatyka nieorganiczna, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1964.
4. Leopold Musiał, Ryszard Sitko, Ćwiczenia laboratoryjne z zakresu chemii ogólnej i nieorganicznej, Wydawnictwo Naukowe WSP, Kraków 1974.

ĆWICZENIA

Ćwiczenie 1.

Otrzymywanie i badanie czystości siarczanu(VI) magnezu $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

Wprowadzenie

Bezwodny siarczan magnezu to biała, dobrze rozpuszczalna w wodzie (33,5 g w 100 g H_2O) higroskopijna substancja drobnokrystaliczna. $MgSO_4$ tworzy kilka hydratów, z których najważniejsze to monohydrat $MgSO_4 \cdot H_2O$, występujący w przyrodzie jako minerał kizeryt oraz heptahydrat $MgSO_4 \cdot 7H_2O$. Siarczan (VI) magnezu $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, nazywany też epsomit, solą gorzką lub solą angielską, jest bardzo dobrze rozpuszczalny w wodzie i trwały w temperaturze pokojowej. Jednak po ogrzaniu do $150^\circ C$ heptahydrat przechodzi w monohydrat, który odwadnia się całkowicie powyżej $200^\circ C$. Uwodniona odmiana $MgSO_4$ stosowana jest w lecznictwie jako środek przeczyszczający, a forma bezwodna w garbarstwie, przemyśle włókienniczym i jako osuszacz.

Odczynniki

H_2SO_4 stęż.

$3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

fenoloftaleina

0.1 M HCl

0.1 M KOH

Sprzęt

zlewki o pojemności 200 cm³ i 50 cm³

cylinder miarowy 20 lub 10 cm³

bagietka szklana

papierki wskaźnikowe

tryskawka z wodą destylowaną

lejek szklany

statyw

sączki karbowane

łaźnia wodna z lodem

szkiełko zegarkowe

Wykonanie ćwiczenia

25 cm³ 30% H_2SO_4 (7.5 cm³ H_2SO_4 stęż. + 17.5 cm³ wody destylowanej) ogrzać ostrożnie w zlewce (200 cm³). Następnie, kontynuując ogrzewanie, małymi porcjami dodawać do zlewki, ciągle mieszając, zasadowy węglan magnezu $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (ok. 12.5 g), do momentu, aż ustanie pienienie się cieczy. W trakcie przeprowadzania reakcji sprawdzać pH mieszaniny reakcyjnej – roztwór po zakończeniu reakcji powinien mieć pH obojętne. UWAGA! Nie dopuścić do nadmiernego odparowania cieczy, uzupełniając w razie potrzeby mieszaninę w zlewce wodą z tryskawki. W przypadku zbyt gwałtownego zachodzenia reakcji zdjąć zlewkę z palnika i kontynuować reakcję bez ogrzewania. UWAGA! Reakcję prowadzić w okularach ochronnych! Otrzymany roztwór przesączyć, stosując przygotowany wcześniej zestaw do sączenia manualnego i chłodzić w łaźni lodowej. Otrzymane białe kryształy suszyć ok. 1 h we włączonej wcześniej suszarce w temperaturze 70°C. Wysuszone kryształy zważyć, a następnie przeprowadzić badanie czystości otrzymanego preparatu.

Badanie czystości

1 g preparatu rozpuścić w 5 cm³ wody destylowanej w zlewce 50 cm³, a następnie dodać 2 krople fenoloftaleiny. Różowe zabarwienie roztworu powinno zniknąć po dodaniu ok. 5 kropli (0.1 cm³) 0.1 M HCl, a jeśli roztwór jest bezbarwny, zabarwienie powinno się pojawić po dodaniu ok. 5 kropli (0.1 cm³) 0.1 M KOH.

Opracowanie wyników

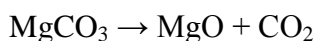
Napisać równanie i obliczyć wydajność przeprowadzonej reakcji. Określić pH otrzymanego preparatu.

Ćwiczenie 2.

Otrzymywanie i badanie czystości węglanu magnezu MgCO₃

Wprowadzenie

Węglan magnezu to biała lub bezbarwna substancja krystaliczna, która praktycznie nie rozpuszcza się w wodzie. W temperaturze 350°C związek ten rozkłada się na tlenek magnezu i dwutlenek węgla:



W naturze MgCO₃ występuje głównie pod postacią minerału o nazwie magnezyt, wykorzystywanego przede wszystkim do otrzymywania materiałów ogniotrwałych.

Zasadowy węglan magnezu (4MgCO₃·Mg(OH)₂·4H₂O lub 3MgCO₃·Mg(OH)₂·3H₂O), zwany też magnezją białą, jest śnieżnobiałym, lekkim proszkiem, trudno rozpuszczalnym w wodzie. Magnezja biała stosowana jest jako wypełniacz do farb i papieru, w lecznictwie (jako odtrutka przeciwko kwasom i niektórym metalom oraz lek zobojętniający kwasy żołądkowe), kosmetyce (proszki do zębów, pudry) oraz w sporcie (zapobiega ześlizgiwaniu się spoczonych dłoni z przyrządów gimnastycznych oraz skał – podczas wspinaczki górskiej).

Odczynniki

MgSO₄·7H₂O

Na₂CO₃·10H₂O

0.25 M BaCl₂

1 M HCl

1 M KOH

oranż metylowy

Sprzęt

zlewki o pojemności 200 cm³
mieszadło magnetyczne
lejek Büchnera
kolba ssawkowa
cylinder miarowy 25 cm³
szkiełka zegarkowe
tygiel kwarcowy
biureta o pojemności 25 cm³
statyw na biuretę
kolba stożkowa o pojemności 200 cm³

Wykonanie ćwiczenia

W zlewce na 200 cm³ rozpuścić 2.5 g krystalicznego siarczanu(VI) magnezu MgSO₄·7H₂O w 20 cm³ wody destylowanej i ogrzać. W drugiej zlewce na 200 cm³ przygotować roztwór zawierający 3 g krystalicznego węgla sodowego Na₂CO₃·10H₂O w 20 cm³ wody destylowanej i ogrzewać. Zlewkę z gorącym siarczanem(VI) magnezu umieścić na mieszadle magnetycznym i powoli mieszając, dodać gorący roztwór węgla sodu. Otrzymaną mieszaninę ogrzewać ostrożnie przez 20 minut. UWAGA! Reakcję prowadzić w okularach ochronnych! Wytrącony osad odsączyć na lejku Büchnera i przemywać dokładnie wodą tak długo (ok. 25 cm³), aż przesącz nie wykaże obecności jonów siarczanowych (próba z chlorkiem baru BaCl₂). Preparat suszyć ok. 1 h we włączonej wcześniej suszarce w temperaturze 70°C. Zważyć uzyskany produkt.

Badanie czystości

Badanie zawartości MgO w otrzymanym preparacie:

- zważyć ok. 0.3 g preparatu i 10-15 minut prażyć w tyglu kwarcowym bezpośrednio nad palnikiem - po wyprażeniu zważyć uzyskany produkt;
- 0.5 g preparatu rozpuścić w 25 cm³ 1 M HCl i zmiareczkować 1 M roztworem KOH w obecności oranżu metylowego (ok. 4 kropli) w kolbie stożkowej na 200 cm³.

Opracowanie wyników

Podać równanie i obliczyć wydajność przeprowadzonej reakcji. Podać masę MgO otrzymaną w wyniku prażenia uzyskanego preparatu oraz miareczkowania go roztworem KOH. 1 cm³ przereagowanego z MgCO₃ 1 M HCl odpowiada 0.02016 g MgO. $m_{\text{MgO}} = (25$

$\text{cm}^3 - V_{\text{KOH}}) * 0,02016$. Podać, jak w zależności od pH środowiska, zmienia się barwa roztworu miareczkowanego wobec oranżu metylowego. Podać równania reakcji zachodzących podczas badania czystości otrzymanego preparatu.

Ćwiczenie 3.

Otrzymywanie tlenochlorku magnezu Mg_2OCl_2

Wprowadzenie

Tlenochlorek magnezu Mg_2OCl_2 (stężony roztwór chlorku i tlenku magnezu) nazywany jest też cementem magnezowym lub cementem Sorela. Mg_2OCl_2 z dodatkiem odpadów drzewnych i pigmentu służył kiedyś do wyrobu ksylolity (skałodrzewu), wykorzystywanego do produkcji materiałów izolacyjnych (ogniotrwałych płyt okładzinowych) oraz do wykonywania zapraw magnezjowych (tynki, kity). Spoiwo magnezjowe powodowało jednak korozję stali, dlatego obecnie w Polsce nie jest już stosowane w budownictwie.

Odczynniki

MgO

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Sprzęt

parowniczką porcelanową

zlewka 50 cm^3

Wykonanie ćwiczenia

W parowniczkę porcelanową wymieszać dokładnie 2 g sproszkowanego tlenku magnezu MgO z przygotowanym wcześniej nasyconym wodnym roztworem chlorku magnezu $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (rozpuścić ok. 3.25 g tej soli w 1 cm^3 wody destylowanej). Zawartość parowniczkę ogrzewać ostrożnie, ustawiając płomień palnika na minimalną wysokość, aż do powstania charakterystycznego „bąbla”. Wtedy zestawić parowniczkę z palnika i czekać, aż uzyskany biały produkt stwardnieje, tworząc kamienną masę (Cl-Mg-O-Mg-Cl). Zważyć otrzymany preparat.

Opracowanie wyników

Obliczyć wydajność przeprowadzonej reakcji.

Ćwiczenie 4.

Otrzymywanie krzemianu magnezu $MgSiO_3$ i oczyszczanie talku $3MgSiO_3 \cdot H_2SiO_3$

Wprowadzenie

Krzemian magnezu to bezbarwne ciało krystaliczne, występujące zazwyczaj w postaci drobnoziarnistych, igiełkowych, łuseczkowych lub włóknistych skupień. Związek ten jest minerałem skałotwórczym serpentynitu, występuje też w żyłach łupków, wapieni i marmurów. $MgSiO_3$ tworzy dużo uwodnionych krzemianów, takich jak talk $3MgSiO_3 \cdot H_2SiO_3$ czy azbest (azbest chryzotylowy $Mg_3(Si_2O_5)(OH)_8$, azbest serpentynowy $Mg_6(Si_4O_{10})(OH)_8$). Krzemiany magnezu stosuje się jako materiał drogowy, do wyrobu materiałów ogniotrwałych (odmiany włókniste), a także w jubilerstwie.

Odczynniki

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$

handlowe szkło wodne

talk $3MgSiO_3 \cdot H_2SiO_3$

$HCl_{stęż.}$

Sprzęt

zlewki o pojemności 200 cm³ i 50 cm³

lejek szklany

statyw

sączki okrągłe

bagietka szklana

szkiełka zegarkowe

Wykonanie ćwiczenia

A) W zlewce o objętości 200 cm³ sporządzić roztwór 10 g krystalicznego siarczanu magnezowego $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ w 100 cm³ wody destylowanej. Do tego roztworu dodawać, mieszając, 35% roztwór szkła wodnego (do 3.5 g szkła wodnego sodowego z butelki dodać wodę destylowaną, całość roztworu ma ważyć 10 g). Roztwór szkła wodnego dodawać do momentu, aż w zlewce przestanie się wytrącać biały galaretowaty osad. Czekać ok. 5 min, aż

osad opadnie na dno. Otrzymany osad zdekantować, przemyć następnie wodą (ok. 50 cm³), zdekantować raz jeszcze i odsączyć, używając lejka szklanego. Uzyskany produkt suszyć w temperaturze pokojowej przez kilka dni. Wysuszony preparat zważyć.

B) W zlewce o objętości 200 cm³ przygotować roztwór przez wymieszanie 1 cm³ stężonego HCl w 50 cm³ wody destylowanej. Następnie dodać do roztworu 10 g talku (3MgSiO₃·H₂SiO₃). Zawartość zlewki ogrzać do wrzenia i ostrożnie gotować przez ok. 10 minut. UWAGA! Reakcję prowadzić w okularach ochronnych! Otrzymany osad odsączyć (z użyciem lejka szklanego), a następnie spłukać z sączka roztworem sporządzonym przez wymieszanie 1 cm³ stężonego HCl w 50 cm³ wody destylowanej do zlewki. Tak uzyskaną zawiesinę zagotować i przesączyć na gorąco (z użyciem lejka szklanego). Następnie osad znajdujący się na sączku przemyć gorącą wodą (ok. 50 cm³). Uzyskany produkt suszyć w temperaturze pokojowej przez kilka dni. Wysuszony preparat zważyć.

Opracowanie wyników

Porównać wygląd krzemianów otrzymanych obiema metodami.

