

## Тема: Одержання розчину фторидної кислоти

**Реактиви:** натрій фторид, барій хлорид дигідрат, дистильована вода, сульфатна кислота (розчин,  $\rho = 1,2\text{--}1,35 \text{ г/см}^3$ ), розчин нітратної або хлоридної кислоти.

**Обладнання і посуд:** мірний циліндр на 25 мл, хімічні стакани об'ємом  $250 \text{ см}^3$ , воронка Бюхнера і колба Бунзена, водоструминний насос або насос Комовського, сушильна шафа, порцелянова випарювальна чашка, електропіч, водяна баня, фільтрувальний папір, терези, термометр, пластиковий посуд (склянки, воронки тощо).

### Властивості вихідних речовин та проміжних продуктів синтезу:

Натрій фторид ( $\text{NaF}$ ,  $M = 41,99 \text{ г/моль}$ ) – безбарвні кристали,  $\rho = 2,766 \text{ г/см}^3$ ,  $t_{\text{пл.}} = 993^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{кип.}} = 1704^\circ\text{C}$ . Розчиняється у воді ( $K_s^0 = 0,0366$ ;  $K_s^{20} = 0,0406$ ;  $K_s^{60} = 0,0468$ ;  $K_s^{100} = 0,0508$ ), утворюючи розчин зі слабколужною реакцією середовища. Розчиняється у безводному фтороводні. Важкорозчинний у спирті, диметилформаміді (ДМФА), ацетоні.

Барій хлорид дигідрат ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $M = 244,31 \text{ г/моль}$ ) – безбарвні кристали,  $\rho = 3,097 \text{ г/см}^3$ , при температурі вище  $100^\circ\text{C}$  зневоднюється. Добре розчиняється у воді ( $K_s^0 = 0,387$ ;  $K_s^{20} = 0,447$ ;  $K_s^{60} = 0,589$ ). Незначно розчиняється у спирті та хлоридній кислоті, не розчиняється у діетиловому етері. Токсичний.

Сульфатна кислота ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $M = 98,082 \text{ г/см}^3$ ) (розчин,  $w \approx 30\%$ ) – безбарвна рідина. Сильна кислота. З водою змішується у будь-яких пропорціях. Деякі властивості розчинів сульфатної кислоти наведені у таблиці 1.

Таблиця 1. Окремі властивості розчинів сульфатної кислоти у діапазоні густин  $1,2\text{--}1,35 \text{ г/см}^3$ .

$\rho, \text{ г/см}^3$	$\omega, \%$	$c, \text{ моль/дм}^3$	$t_{\text{кип.}}, ^\circ\text{C}$	$\rho, \text{ г/см}^3$	$\omega, \%$	$c, \text{ моль/дм}^3$	$t_{\text{кип.}}, ^\circ\text{C}$
1,200	27,72	3,391	106,9	1,280	37,36	4,876	111,95
1,210	28,95	3,572	107,4	1,290	38,53	5,068	112,8
1,220	30,18	3,754	108,0	1,300	39,68	5,259	113,6
1,230	31,40	3,938	108,5	1,310	40,82	5,452	114,55
1,240	32,61	4,123	108,9	1,320	41,95	5,646	115,6
1,250	33,82	4,310	109,7	1,330	43,07	5,840	116,5
1,260	35,01	4,498	110,5	1,340	44,17	6,035	117,6
1,270	36,19	4,686	111,2	1,350	45,26	6,229	118,7

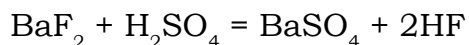
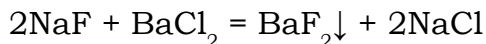
Барій дифторид ( $\text{BaF}_2$ ,  $M = 175,336 \text{ г/моль}$ ) – безбарвні кристали або дрібнокристалічний порошок, легкий,  $\rho = 4,893 \text{ г/см}^3$ ;  $t_{\text{пл.}} = 1368^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{кип.}} \approx 2260^\circ\text{C}$ . Малорозчинний у воді ( $K_s^{20} = 0,0016$ ), розчинність зростає у присутності сильних кислот (окрім сульфатної) і  $\text{HF}$ , нерозчинний у органічних розчинниках.

### Властивості продукту синтезу

Фторидна кислота (розчин) ( $\text{HF}$ ,  $M = 20,01 \text{ г/моль}$ ) – безбарвна рідина із різким запахом, інтенсивність якого залежить від концентрації кислоти. Змішується з водою у будь-яких співвідношеннях. При перегонці концентрація кислоти поступово підвищується, доки при  $t_{\text{кип.}} \approx 112^\circ\text{C}$  не утворюється азеотропна суміш, що містить 35,37% мас.  $\text{HF}$ . Кислота середньої сили:  $K_a = 7,2 \cdot 10^{-4}$ . Дуже

легко опікає шкіру і слизові оболонки навіть за невеликих концентрацій розчину (працювати необхідно у гумових рукавицях!). Взаємодіє зі склом з утворенням гесксафторосилікатів. Зберігати розчини фторидної кислоти можна у пластиковому, платиновому, ебонітовому посуді, або скляному посуді, стінки якого ретельно вкриті парафіном.

#### **Рівняння хімічних реакцій:**



#### **Виконання синтезу**

1. Зважують на терезах 5-6 г натрій фториду (з точністю до 0,01 г).
2. За рівнянням реакції обчислюють необхідну масу барій дихлориду дигідрату.
3. Наважку натрій фториду розчиняють у 150 см<sup>3</sup> води, а наважку солі Барію у 100 см<sup>3</sup> дистильованої води. Розчин барій дихлориду нагрівають майже до кипіння.
4. Розчин натрій флуориду невеликими порціями доливають до розчину барій хлориду, постійно перемішуючи.
5. Осад, що випадає, відфільтровують на воронці Бюхнера і промивають невеликими порціями льодяної води до відсутності у промивних водах хлорид-аніонів (негативна проба з розчином  $\text{AgNO}_3$ ).
6. Зважують пластикову або пластмасову склянку з точністю до 0,01 г.
7. Осад висушують у сушильній шафі, відділяють від фільтру, розтирають у порошок і максимально повно переносять його у пластикову або пластмасову склянку і зважують, визначаючи масу барій фториду.
8. За допомогою денсиметрів визначають концентрацію сульфатної кислоти (має бути в межах 30-45%).
9. Обчислюють за рівнянням реакції стехіометричну масу сульфатної кислоти, необхідну для реакції з даною порцією барій фториду. Розраховують необхідний об'єм розчину сульфатної кислоти.
10. До барій фториду у склянці додають 1-2 см<sup>3</sup> дистильованої води і потім додають невеликими порціями розчин сульфатної кислоти у кількості рівній 90% від теоретично розрахованої, і постійно перемішують вміст склянки круговими рухами (**Обережно! Працювати з фторидною кислотою можна тільки у захисних рукавицях**).
11. Після додавання останньої порції сульфатної кислоти суміш щільно закривають і нагрівають на водяній бані до 50-60°C протягом 15-20 хвилин, час від часу перемішуючи вміст, але не відкриваючи посудину. Суміш ставлять охолоджуватись на лід, після чого швидко фільтрують, використовуючи виключно пластиковий посуд.
12. Обчислюють приблизну концентрацію одержаного розчину фторидної кислоти.

#### **Ідентифікація продукту**

Краплину одержаного продукту наносять на шматок скла і нагрівають до кипіння, тримаючи над краплиною, що закипає шматочок скла. За наявності фторидної кислоти, можна помітити на нижньому нагрітому склі область витравлювання, яка відрізняється змочуваністю, а верхнє скло вкривається матовим нальотом:  $\text{SiO}_2 + 4\text{HF} = \text{SiF}_4\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ .

У кислоті визначають наявність домішок сульфатної кислоти. Для цього у пластикову пробірку вносять декілька краплин розчину нітратної або хлоридної кислот, краплину одержаного за результатами синтезу розчину і краплину 0,1 н розчину барій дихлориду. Помутніння розчину або поява осаду свідчать про наявність домішок сульфатної кислоти в утвореному продукті.