

Тема: Одержання плюмбум діоксиду

Реактиви: свинець, етанова кислота ($\approx 80\%$ -й розчин – “оцтова есенція”), дистильована вода, сульфатна кислота (розчин, $c = 4$ моль/дм³), натрій гідроксид (кристалічний), водень пероксид (20%-ий розчин), манган діоксид, нітратна кислота (розчин, $c = 3$ моль/дм³), розчин манган(II) сульфату, лід.

Обладнання і посуд: хімічні стакани об'ємом 50-100 см³, мірний циліндр на 25 мл, колба або пробірка об'ємом 50 см³, корок з газовідвідною трубкою, поглинач газів, воронка Бюхнера і колба Бунзена, скляна паличка, електропід, водяна баня, фільтрувальний папір, терези, термометр, водоступинний насос або насос Комовського, піпетка, ексикатор.

Властивості вихідних речовин:

Свинець (Pb, $M = 207,21$ г/моль) – м'який, ковкий, синювато-сірий блискучий метал, з поверхні вкритий оксидною плівкою, $\rho = 11,35$ г/см³, $t_{\text{пл.}} = 327^\circ\text{C}$, $t_{\text{кип.}} = 1744^\circ\text{C}$. При плавленні вкривається сірою плівкою оксиду, що поступово переходить у жовту форму PbO. У воді з доступом повітря і CO₂ поступово позриняється з утворенням безбарвних кристалів основних карбонатів Плюмбуму(II). Пасивується концентрованою нітратною кислотою і робавленими HCl та H₂SO₄. Розчиняється у концентрованих сульфатній і хлоридній кислотах, концентрованих розчинах лугів і нітратній кислоті.

Етанова (ацетатна) кислота (C₂H₆O₂, $M = 60,05$ г/см³) – безбарвна рідина з різким характерним запахом, $\rho = 1,049$ г/см³ (за 20°C). За температури 16,633 – 16,637°C твердне з утворенням кристалічної маси. $t_{\text{кип.}} = 118^\circ\text{C}$. Змішується з водою та деякими органічними розчинниками: етанолом, діетиловим етером. Оцтова есенція представляє собою розчин ацетатної кислоти концентрацією 70-80% (за ГОСТ 6968-76) з масовою часткою сухого залишку не більше 0,008 %.

Манган(IV) оксид (манган діоксид) (MnO₂, $M = 86,94$ г/моль) – коричнево-чорний або чорний кристалічний або аморфний порошок, $\rho = 5,026$ г/см³. Нерозчинний у воді. Бертолід – у кристалічній гратці присутні вакансії атомів Оксигену. При нагріванні до 535°C перетворюється на Mn₃O₄ з відщепленням кисню. У кислому середовищі та при нагріванні – сильний окисник.

Натрій хлорид (NaCl, $M = 58,44$ г/моль) – безбарвні кубічні кристали або дрібнокристалічний порошок, $\rho = 2,165$ г/см³; $t_{\text{пл.}} = 801^\circ\text{C}$; $t_{\text{кип.}} = 1413^\circ\text{C}$. Добре розчинний у воді, амоніаку, метанолі, гліцеролі. Малорозчинний у хлоридній кислоті.

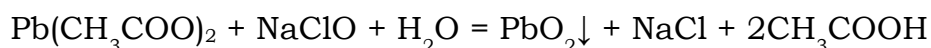
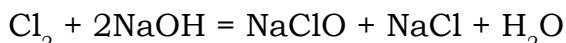
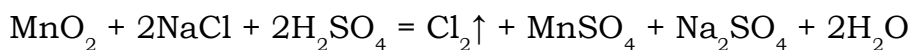
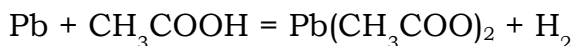
Натрій гідроксид (NaOH, $M = 39,997$ г/моль) – безбарвна кристалічна маса, $\rho = 2,13$ г/см³; $t_{\text{пл.}} = 318^\circ\text{C}$; $t_{\text{кип.}} = 1388^\circ\text{C}$. Гігроскопічний, на повітрі поглинає воду і CO₂. Добре розчинний у воді, спиртах. Нерозчинний у діетиловому етері. Водні розчини кородують скло, руйнують органічні речовини (папір, шкіру), розплави кородують фарфор.

Властивості продукту синтезу

Плюмбум діоксид (PbO₂, $M = 239,21$ г/моль) – темно-коричневий аморфний ($\rho = 9,4$ г/см³) або кристалічний ($\rho = 9,36$ г/см³) порошок. Майже не-

розчинний у воді і розбавлених кислотах (окрім оксалатної). При нагріванні вище 280°C починає розкладатись, виділяючи кисень, а при нагріванні вище 380°C розкладається повністю з утворенням сурику (Pb_3O_4) і кисню. Сильний окисник. При розчиненні у хлоридній кислоті виділяє хлор, у гарячій концентрованій сульфатній – кисень. Не реагує з водою, розбавленими кислотами і розчином амоніаку; повільно переходить у розчин при взаємодії з концентрованими розчинами лугів при кип'ятінні.

Рівняння хімічних реакцій:



Виконання синтезу

1. Зважують на терезах шматочок (або гранули) металевого свинцю масою 5-6 г (з точністю до 0,01 г).

2. Шматочок свинцю або гранули подрібнюють на шматочки розміром у декілька міліметрів за допомогою ножиць.

3. Розраховують об'єм оцтової есенції необхідний для стехіометричного проходження реакції з відібраною наважкою свинцю.

4. У колбу або велику пробірку вносять наважку свинцю, вносять об'єм оцтової есенції у розмірі 120-125% від стехіометричного, відміряний з точністю до 0,1 см³. У ту ж саму склянку вносять 4-5 см³ дистильованої води і 2-3 см³ 20%-го розчину гідроген пероксиду.

5. Колбу або пробірку з сумішшю ставлять на водяну баню нагріту до 70-80°C. Нагрівання ведуть, час від часу перемішуючи вміст колби, до повного розчинення металу. Якщо швидкість реакції (швидкість виділення газу на поверхні свинцю) зменшується, до суміші додають 1 см³ розчину гідроген пероксиду і перемішують. Після завершення реакції суміш іще 2-3 хвилини кип'ятять.

6. Одержану суміш охолоджують і використовують для подальшого окиснення. Якщо розчин містить нерозчинні фрагменти або не є прозорим, його фільтрують крізь складчастий фільтр невеликого розміру.

7. Паралельно готують розчин натрій гіпохлориту (**усі етапи роботи виконуються під тягою!**). У невелику за розміром колбу або пробірку вносять близько 5 г манган діоксиду і близько 6 г натрій хлориду і змочують суміш 2-3 см³ води.

8. У 12 см³ дистильованої води розчиняють 4 г натрій гідроксиду. Розчин переносять у поглинальну склянку або пробірку, яку охолоджують у ексікаторі з льодом.

9. До суміші натрій хлориду з манган діоксидом додають 20 см³ 4 М розчину сульфатної кислоти, добре розмішують, швидко закривають корком із газовідвідною трубкою, яку приєднують до поглинальної склянки з розчином натрій гідроксиду (або опускають у пробірку з розчином NaOH). Між поглинальною склянкою і колбою-реактором можна розташувати

запобіжну склянку, в якості якої можна використати, наприклад, склянку Тищенко.

10. Посуд, що містить суміш манган діоксиду з натрій хлоридом, починають обережно нагрівати. Слідкують щоб нагрівання було не швидким і рівномірним, і не призводило до затування розчину натрій гідроксиду у трубку. В останньому випадку посудину з сумішшю нагрівають швидко, а після видалення розчину з трубки, витягають її на деякий час і занурюють потім знову. Реакцію проводять доти, доки суміш у колбі не закипить.

11. У 30 см³ дистильованої води розчиняють близько 2,5 г натрій гідроксиду. Одержаний розчин додають до розчину, що утворився при розчиненні свинцю.

12. Одразу ж при перемішуванні невеликими порціями додають 10 см³ розчину натрій гіпохлориту. Після додавання розчину гіпохлориту суміш нагрівають 2-3 хвилини кип'ять.

13. Коричневому осаді PbO₂ дають відстоятись і перевіряють розчин на повноту окиснення: обережно, по стінці склянки, додають краплину розчину гіпохлориту – якщо у розчині не з'являється коричнева каламуть, окиснення вважають завершеним. У іншому випадку додають ще 3-4 см³ розчину гіпохлориту і перемішують.

14. Розчин над осадом обережно зливають і промивають осад плюмбум діоксиду 4-5 разів декантацією, кожен раз беручи для цього 20-25 см³ дистильованої води.

15. Потім для видалення можливих домішок солей Плюмбуму(II) та Pb(OH)₂ до осаду доливають 15 см³ розчину нітратної кислоти (с_{екв} = 3 моль/дм³) і перемішують при нагріванні протягом 10-15 хвилин, після чого кислоту обережно зливають з осаду.

16. Осад знову промивають декантацією гарячою дистильованою водою не менше 3 разів, до відсутності у промивних водах хлорид-іонів (проба з розчином аргентум нітрату).

17. Осад переносять на воронку Бюхнера і під час фільтрування ще раз промивають гарячою дистильованою водою. Одержаний продукт сушать у ексикаторі*.

* – одержаний таким чином продукт не є достатньо сухим. Більше вологи вдається видалити у вакуум-ексикаторі над P₄O₁₀. Практично повністю вологу можна видалити тільки 1,5-годинним нагріванням препарату до 160°C у потоці кисню.

Ідентифікація продукту

У пробірку вносять 4–5 краплин розчину MnSO₄, додають 1 мл розчину нітратної кислоти (1:1), і додають близько 0,1 г одержаного продукту. Після цього нагрівають суміш до кипіння. Дають вмісту пробірки відстоятись. Розчин повинен мати рожеве або фіолетово-червоне забарвлення внаслідок утворення перманганат-іонів.

Якщо забарвлення нечітке або випадають бурі пластівці осаду манган діоксиду, перевірку повторюють, трохи розбавивши водою розчин солі Мангану(II) і узявши більшу порцію продукту.