

**Тема: Одержання калій гексагідроксостибату**

**Реактиви:** стибій трихлорид, сода (натрій гідрогенкарбонат), калій гідроксид, гідроген пероксид (3%-ий розчин), етанол, аргентум нітрат (0,1%-й розчин), лід.

**Обладнання і посуд:** хімічні стакани об'ємом 50-100 см<sup>3</sup>, мірний циліндр на 25 мл, воронка Бюхнера і колба Бунзена, скляна паличка, електропіч, водяна баня, фільтрувальний папір, терези, термометр, водоступинний насос або насос Комовського, піпетки, сушильна шафа.

**Властивості вихідних речовин:**

Стибій трихлорид (SbCl<sub>3</sub>, M = 228,13 г/моль) – безбарвні кристали,  $\rho = 3,046 \text{ г/см}^3$ ;  $t_{\text{пл}} = 73,4^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{кип}} = 222,6^\circ\text{C}$ ; дуже гігроскопічні — на повітрі розпливаються. Водю розчиняється, але сильно гідролізується з утворенням основних солей, але добре розчиняється у розчині хлоридної кислоти, а також деяких інших сильних кислот і тартратної кислоти. Також розчиняється у безводному етанолі, хлороформі, бензені, сірковуглеці та інших неполярних розчинниках; утворює аддукти з ацетоном, триметиламіном тощо.

Калій гідроксид (їдке калі) (KOH, M = 56,108 г/см<sup>3</sup>) – безбарвна або біла кристалічна маса,  $\rho = 2,2 \text{ г/см}^3$ ;  $t_{\text{пл}} = 360,4^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{кип}} = 1324^\circ\text{C}$ ; дуже гігроскопічний, на повітрі розпливається і поглинає CO<sub>2</sub>, утворюючи карбонат. Розчинний у воді з сильним екзотермічним ефектом ( $k_s^{-9} = 0,926$ ;  $k_s^0 = 0,957$ ;  $k_s^{20} = 1,12$ ;  $k_s^{50} = 1,34$ ;  $k_s^{100} = 1,78$ ;  $k_s^{143} = 3,11$ ). Добре розчинний у метанолі та етанолі. Руйнує скло, у розплавленому стані кородує фарфор і платину. Не рекомендується зберігати у скляному посуді з притертими пробками, оскільки останні дуже швидко “заїдають” унаслідок часткового руйнування скла.

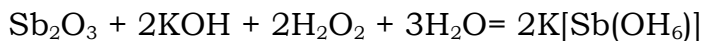
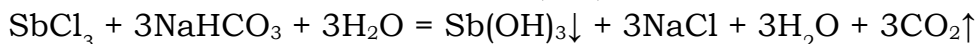
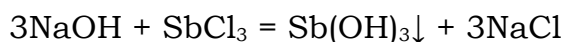
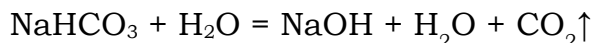
Натрій гідрогенкарбонат (NaHCO<sub>3</sub>, M = 84,01 г/моль) – сніжно-білий кристалічний порошок,  $\rho = 2,04 \text{ г/см}^3$ . Розчинний у воді ( $k_s^0 = 0,07$ ;  $k_s^{20} = 0,096$ ;  $k_s^{60} = 0,16$ ), гарячою водою гідролізується; майже нерозчинний у етанолі. При зберіганні на повітрі за кімнатної температури виділяє CO<sub>2</sub> у помітній кількості, за 350–400°C розкладається з утворенням Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub> і H<sub>2</sub>O.

Гідроген пероксид (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, M = 34,016 г/моль) — безбарвна густа рідина,  $\rho = 1,45 \text{ г/см}^3$ ;  $t_{\text{пл}} = -0,43^\circ\text{C}$ ;  $t_{\text{кип}} = 150,2^\circ\text{C}$  (з трозкладом). Має слабкоокислу реакцію, повільно розкладається на воду і кисень, при нагріванні або опроміненні УФ-проміннями розкладається швидко, у присутності каталізаторів та органічних речовин розкладається з вибухом. Змішується з водою, спиртами і етером. Водні розчини мають слабкоокислу реакцію ( $K_{\text{a1}} = 2 \cdot 10^{-12}$ ). Сильний окисник.

**Властивості продукту синтезу**

Калій гексагідроксостибат (K[Sb(OH)<sub>6</sub>], M = 252,89 г/моль) – зернистий білий порошок або скловидна маса ( $\rho = 9,4 \text{ г/см}^3$ ). Достатньо слабо розчинний у воді ( $k_s^0 = 0,004$ ;  $k_s^{20} = 0,027$ ), нерозчинний у етанолі і ацетоні. При нагріванні поступово зневоднюється, переходячи у KSbO<sub>3</sub>.

### **Рівняння хімічних реакцій:**



### **Виконання синтезу**

1. На терезах зважують 2,3 г стибій трихлориду (або близько 2,5 г обводненого препарату) та 2,4 г натрій гідрогенкарбонату (з точністю до 0,01 г).

2. У склянку наливають 20-25 см<sup>3</sup> дистильованої води, нагрівають до 90°C і невеликими порціями при перемішуванні додають зважену порцію натрій гідрогенкарбонату.

3. У гарячий розчин при перемішуванні додають зважену порцію стибій трихлориду.

4. Осад, що утворився відділяють на воронці Бюхнера і промивають на фільтрі теплою дистильованою водою до відсутності у промивних водах хлорид-йонів (перевіряють реакцією з розчином аргентум нітрату).

5. З 2,2 г калій гідроксиду та 3-4 см<sup>3</sup> дистильованої води готують розчин калій гідроксиду і нагрівають його до 60°C.

6. Осад з фільтру за допомогою шпателя переносять у гарячий розчин калій гідроксиду.

7. До розчину при постійному перемішуванні невеликими порціями протягом 15-20 хвилин додають 25 см<sup>3</sup> 3%-го розчину гідроген пероксиду, підтримуючи температуру розчину (60°C) сталою за допомогою водяної бані.

8. Розчин витримують на гарячій водяній бані іще близько 15 хвилин. Якщо розчин є непрозорим до нього додають 2-3 см<sup>3</sup> насиченого розчину калій гідроксиду. У разі, якщо розчин все одно непрозорий, його фільтрують на воронці Бюхнера.

9. Фільтрат охолоджують льодом і додають до нього 20 см<sup>3</sup> етанолу. Комплексна сполука випадає в осад у вигляді білої в'язкої маси.

10. Суміші дають відстоятись 12 годин, після чого маточний розчин обережно зливають, а осад у склянці промивають декантацією 50%-м розчином етанолу: 30-40 мл етанолу розділяють на 3-4 порції.

11. Одержану і промиту комплексну сполуку сушать близько години на чашці Петрі або годинниковому склі при температурі 50-60°C. Продукт, що виглядає як біла скловидна маса, подрібнюють і зважують для обчислення масової частки виходу продукту від теоретичної.

### **Ідентифікація продукту**

Декілька кристаликів добутого продукту розчиняють у 5 см<sup>3</sup> дистильованої води. У пробірку вносять декілька краплин розчину солі Натрію і додають 2-3 краплини приготовленого розчину продукту синтезу. Якщо продукт містить K[Sb(OH)<sub>6</sub>] випадає білий кристалічний осад Na[Sb(OH)<sub>6</sub>].