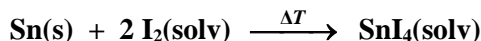


Príprava jodidu ciničitého – Postup práce

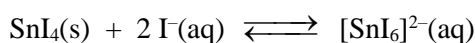
Jodid ciničitý je oranžovočervená kryštalická látka, ktorá sa dobre rozpúšťa v organických rozpúšťadlách, ako sú napr. chloroform, chlorid uhličitý, benzén, cyklohexán, etanol, acetón a dietyléter. Je nerozpustný vo vode; pôsobením vody sa rozkladá – hydrolyzuje.

Jodid ciničitý sa zvyčajne pripravuje reakciou cínu s jódom, rozpusteným v toluéne, chloroforme, chloride uhličitom alebo v inom vhodnom nepolárnom rozpúšťadle, pri mierne zvýšenej teplote



Kryštáliky jodidu ciničitého sa získajú ochladením pripraveného oranžového roztoku. V tuhom a v plynnom skupenstve, ako aj v nevodných roztokoch, sa jodid ciničitý nachádza v podobe tetraédrických molekúl SnI_4 . Je to typický molekulový halogenid. Má nízku teplotu topenia ($t_f = 144,5 \text{ }^\circ\text{C}$) a sublimuje pri teplote $180 \text{ }^\circ\text{C}$ pri normálnom tlaku.

Jodid ciničitý reaguje ako Lewisova kyselina s kyselinou jodovodíkovou alebo s jodidmi alkalických kovov, vo vodných alebo etanolových roztokoch, za vzniku zlúčenín, obsahujúcich hexajodidociničitanový anión, napr. s jodidom sodným vzniká kryštalický čierny $\text{Na}_2[\text{SnI}_6]$.



Úloha

Pripravte jodid ciničitý reakciou 1,50 g cínu s 1,50 g jódu v chloroforme.

Chemikálie

- cín, Sn, tenký plech, granule alebo drôt,
- jód, I_2 , šedočierne kryštáliky s kovovým leskom,
- chloroform, CHCl_3 , bezfarebná kvapalina,
- etanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, bezfarebná kvapalina,
- acetón, CH_3COCH_3 , bezfarebná kvapalina.

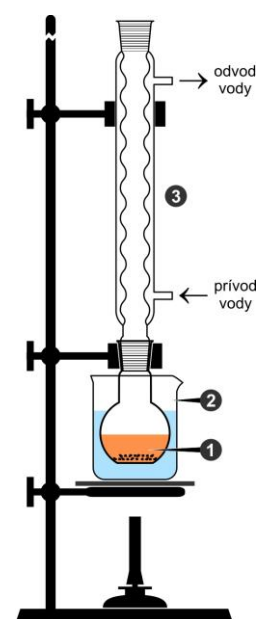
Postup

Reakčnú zmes (cín, jód a chloroform) budeme zohrievať vo vodnom kúpeli (teplota varu chloroformu je $61 \text{ }^\circ\text{C}$) v úplne suchej zábrusovej aparatúre (jodid ciničitý hydrolyzuje) zloženej z varnej alebo Erlenmayerovej banky primeranej veľkosti (100 mL) a spätného chladiča (obr. 1). Na dôkladné vysušenie aparatúry použijeme etanol a acetón.

Tenký cínový plech nastriháme na malé kúsky, aby reakčný povrch bol čo najväčší. Tenký plech si môžeme pripraviť z granúl alebo z drôtu tak, že roztavený cín ($t_f = 232 \text{ }^\circ\text{C}$) nakvapkáme na studenú dlaždicu alebo sklo. Použijeme asi dvojnásobne väčšie množstvo cínu vzhľadom na stechiometriu reakcie syntézy.

Poznámka: Technický cín nie je vhodné používať, lebo počas reakcie môžu nastať rôzne neočakávané problémy. Napr., ak použijeme zliatinu cínu, olova a kadmia (pájku), pokryje sa jej povrch nerozpustným jodidom olovnatým a reakcia takmer prestane prebiehať.

Zapamätajte si! S jódom a chloroformom pracujeme v tesnej aparatúre, v digestórii a v dobre vetranom laboratóriu! Ich pary sú zdraviu škodlivé. Jód ľahko sublimuje, dráždi pokožku a má leptajúce účinky. Chloroform je prchavá kvapalina éterického zápachu s nízkou teplotou varu ($t_v = 61 \text{ }^\circ\text{C}$).



Obr. 1 Aparatúra na prípravu SnI_4 .

- 1 – varná banka s reaktantami,
- 2 – vodný kúpeľ,
- 3 – spätný chladič.

Odvážené potrebné množstvo cínu a jódu (jód odvážime v uzatvorenej navažovačke) vložíme do varnej alebo Erlenmayerovej banky so zábrusom, prilejeme odmerané množstvo chloroformu a uzavrieme spätným chladičom. Odporúča sa použiť **1,50 g cínu, 1,50 g jódu** a asi **15 cm³ chloroformu**. Varnú banku s chladičom umiestnime na trojnožku so sieťkou a opatrne zohrievame slabým plameňom plynového kahanu. Spočiatku v spätnom chladiči kondenzuje chloroform, sfarbený na fialovo od rozpusteného jódu. Reakcia je skončená, keď zreaguje všetok jód, tj. keď v spätnom chladiči kondenzuje bezfarebný chloroform. Vo varnej banke sa po skončení reakcie nachádza oranžový roztok jodidu ciničitého a nezreagovaný cín. Horúci roztok prefiltrujeme cez skladaný filter do vopred odváženej kryštalizačnej misky (všetko musí byť suché) a roztok ochladíme zmesou vody a ľadu. Po ochladení zmesi na požadovanú teplotu vyberieme kryštalizačnú misku z ľadového kúpeľa a dôkladne ju utrieme filtračným papierom. Ochladenú zmes (tj. nasýtený chloroformový roztok + vykryštalizovaný jodid ciničitý) pred vákuovou filtráciou odvážime (m_{zmes}) a zmeriame jej teplotu. Vykryštalizovaný jodid ciničitý potom okamžite odfiltrujeme cez Büchnerov lievnik, vysušíme presávaním vzduchu, dosušíme na filtračnom papieri, odvážime ($m_{kryštály}$) a uschováme v dobre uzatvorenej nádobe.

Filtrát nevyliavame do výlevky, ale do nádoby určenej na splašky!

Nezreagovaný cín dáme do malej kadičky a premyjeme etanolom, vysušíme, odvážime a odovzdáme.

Použitú sklenenú nádobu, chladič a lievniky vyčistíme etanolom a acetónom. Na umývanie sa neodporúča použiť vodu, lebo na povrchu skla sa vylúči ťažšie odstrániteľný hydratovaný oxid ciničitý.



vriaca reakčná zmes



kondenzujúce výpary rozpúšťadla



vysušený tuhý jodid ciničitý

Empirický vzorec pripraveného jodidu ciničitého

Z hmotností zreagovaného cínu a jódu vypočítame, koľko mólov jódu pripadá na jeden mól cínu, čím získame skutočný empirický vzorec SnI_x pripraveného jodidu ciničitého.

Príklad

Z 1,50 g použitého cínu zostalo po skončení reakcie vo varnej banke 1,14 g. Počas reakcie zreagoval všetok jód s hmotnosťou 1,50 g. Vypočítame zloženie pripraveného jodidu cínu SnI_x .

Riešenie

Jodid ciničitý dokáže vo svojej štruktúre „schovať“ atómy cínu a/alebo jódu. Mólový pomer Sn : I v takomto prípade nezodpovedá presne molekulovému vzorcu SnI_4 . Uvedený pomer závisí od spôsobu prípravy a môže byť jedným z indikátorov čistoty pripraveného jodidu ciničitého.

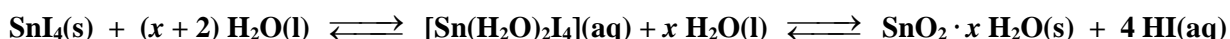
Zo zápisu chemického vzorca SnI_x vyplýva, že

$$x = \frac{n(\text{I})}{n(\text{Sn})} = \frac{\frac{m(\text{I})}{M(\text{I})}}{\frac{m(\text{Sn})}{M(\text{Sn})}} = \frac{m(\text{I})}{m(\text{Sn})} \cdot \frac{M(\text{Sn})}{M(\text{I})} = \frac{1,50 \text{ g}}{1,50 \text{ g} - 1,14 \text{ g}} \cdot \frac{118,69 \text{ g mol}^{-1}}{126,9044 \text{ g mol}^{-1}} = \boxed{3,90}$$

Vzorec pripraveného jodidu cínu je teda $\text{SnI}_{3,90}$. To znamená, že pripravený produkt obsahuje percentuálne viac cínu ako chemicky čistý jodid ciničitý. Tento výpočet je len orientačný. Cín sa totiž po reakcii môže nachádzať v troch "podobách": 1) ako zreagovaný s jódom v molekulách SnI_4 , 2) ako nezreagovaný kovový cín, ktorý oddelíme filtráciou, 3) ako nezreagovaný cín rozpustený v nasýtenom roztoku. Z rozdielu hmotností cínu pred a po reakcii a z rozsahu reakcie vieme vypočítať iba koľko ho ostalo nezreagovaného v roztoku. Nevieme však, aká časť z tohto nezreagovaného cínu prejde v procese kryštalizácie do tuhého produktu a aká časť ho zostane v nasýtenom matičnom roztoku. Vzorový výpočet zloženia teda predpokladá, že zastúpenie nezreagovaného cínu v tuhom produkte a v nasýtenom roztoku je percentuálne rovnaké.

Hydrolyza jodidu ciničitého – Postup práce

Jodid ciničitý vo vode hydrolyzuje, pričom sa voči vode správa ako Lewisova kyselina. Reakciou jodidu ciničitého s vodou prechodne vzniká diakva-tetraiodidociničitý komplex, ktorý sa rozkladá na nerozpustný biely hydratovaný oxid ciničitý a kyselinu jodovodíkovú



Kyselina jodovodíková je silná kyselina, ktorá je vo vodnom roztoku úplne ionizovaná na oxóniové katióny H_3O^+ a jodidové anióny I^- . Prítomnosť kyseliny jodovodíkovej vo vzniknutom vodnom roztoku možno dokázať univerzálnym pH papierikom alebo pH-metrom. Jodidové anióny nachádzajúce sa v roztoku možno dokázať pridaním roztoku olovinatej alebo striebornej soli, s ktorými tvoria charakteristicky sfarbené zrazeniny jodidu olovnateho alebo strieborného.

Úloha

Zistíte pH roztoku po hydrolyze jodidu ciničitého.

Chemikálie

- jodid ciničitý, SnI_4 , oranžová kryštalická látka,
- destilovaná voda,
- dusičnan olovnatý, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 5% vodný roztok,
- dusičnan strieborný, AgNO_3 , 5% vodný roztok.

Postup

Na analytických váhach diferenčne odvážime presne 0,01 – 0,05 g jodidu ciničitého, kvantitatívne ho spláchneme s asi 20 cm³ destilovanej vody do 100 cm³ odmernej banky a pretrepávaním rozpustíme. Hydrolyzou vznikne roztok kyseliny jodovodíkovej, pričom sa vylúči nerozpustný hydratovaný oxid ciničitý. Roztok doplníme destilovanou vodou asi po vrch kužeľovej časti odmernej banky a po zazátkovaní dôkladne premiešame. Potom spláchneme destilovanou vodou steny hrdla banky až pod rysku a prebytočné kvapky vody v hrdle banky odsajeme skrúteným filtračným papierom. Malým lievikom doplníme destilovanou vodou presne po rysku banky (dolný meniskus). Banku opäť zazátkujeme a roztok ešte raz dôkladne premiešame. Takto pripravíme roztok s presnou analytickou koncentráciou.

- Potrebné množstvo roztoku potom prefiltrujeme cez filtračný papier do čistej a suchej kadičky, prikryjeme hodinovým sklom a premiestnime na miesto merania pH. Pretože vzniknutá kyselina jodovodíková je veľmi silnou kyselinou, kyslosť roztoku je dôkazom hydrolyzy.
- Prítomnosť jodidových aniónov dokážeme pridaním malého množstva vodného roztoku dusičnanu olovnateho resp. strieborného. Vzniknú pritom zrazeniny charakteristickej farby. Príslušné chemické rovnice zapíšeme do laboratórneho denníka.