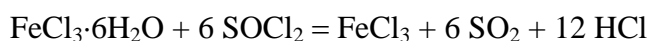
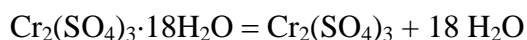
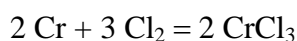


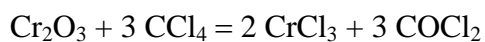
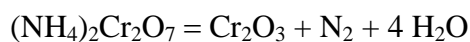
## 5. BEVANDENIO CHROMO CHLORIDO SINTEZĖ

### Įvadas

Bevandenės pereinamųjų metalų druskos pasižymi polinkiu sugerti vandenį ir sudaryti kristalohidratus. Dėl sunkumų, susijusių su šių druskų išsaugojimu ilgesnį laiką bevandenėje formoje, jos dažniausiai ir parduodamos kristalohidratų formoje. Daugeliu atveju akvakompleksai yra tinkami reagentai, pvz., reakcijose, vykdomose vandeninėje terpėje. Tačiau, kai reikalinga visiškai bevandenė terpė, kristalohidratų panaudojimas yra neįmanomas. Tokiu atveju bevandenė druska gaminama laboratorijoje, ją sintetinant arba dehidratuojant kristalohidratą. Sintezė paprastai atliekama nevandeninėje terpėje arba vykdamas reakciją tarp kietos medžiagos ir sausų dujų. Dehidratuojant kristalohidratas kaitinamas arba, jeigu šis būdas netinka dėl vykstančių pašalinių reakcijų, kristalohidratas veikiamas medžiaga, kuri turi didesnę polinkį reaguoti su vandeniu, negu metalo katijonas. Pvz., bevandeniams pereinamųjų metalų chloridams gauti plačiai naudojama reakcija su šviežiai nudistiliuotu tionilo chloridu sausoje azoto atmosferoje. Minėtus būdus galima iliustruoti reakcijų lygtimis:



**Šio darbo tikslas** yra susintetinti bevandenį  $\text{CrCl}_3$  tokiu būdu:



Antroje stadijoje  $\text{CCl}_4$  garai nešami azoto dujomis virš įkaitinto  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Reakcijoje susidaręs  $\text{CrCl}_3$  garų formoje nunešamas toliau į truputį šaltesnę sritį, kur kondensuojasi, susidarant gražiems purpuriniams kristalams, dažniausiai žvynelių formos. Bevandenis  $\text{CrCl}_3$ , gaunamas pagal šias reakcijas, yra pakankamai inertiškas vandens atžvilgiu. Tačiau, jeigu jame yra  $\text{Cr}(\text{II})$  junginių priemaišų,  $\text{Cr}^{3+}$  jonų hidratacija katalizuojama susidariusiais  $\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$  jonais. Tokiu atveju  $\text{CrCl}_3$  lengvai ištirpsta vandenyje, susidarant  $\text{CrCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4^+$ ,  $\text{CrCl}(\text{H}_2\text{O})_5^{2+}$  ir  $\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ .

# Darbo aprašymas

## 1. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sintezė

2 g amonio bichromato suberiami į porcelianinę lėkštelę ir atsargiai šildomi dujiniu degikliu, kol prasideda skilimo reakcija. Susidaręs Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> plaunamas karštu vandeniu, po to - keletą kartų šaltu vandeniu, nudekantuojuant nuosėdas. Džiovinama esant maždaug 110°C temperatūrai. Apskaičiuojama išeiga.

## 2. CrCl<sub>3</sub> sintezė

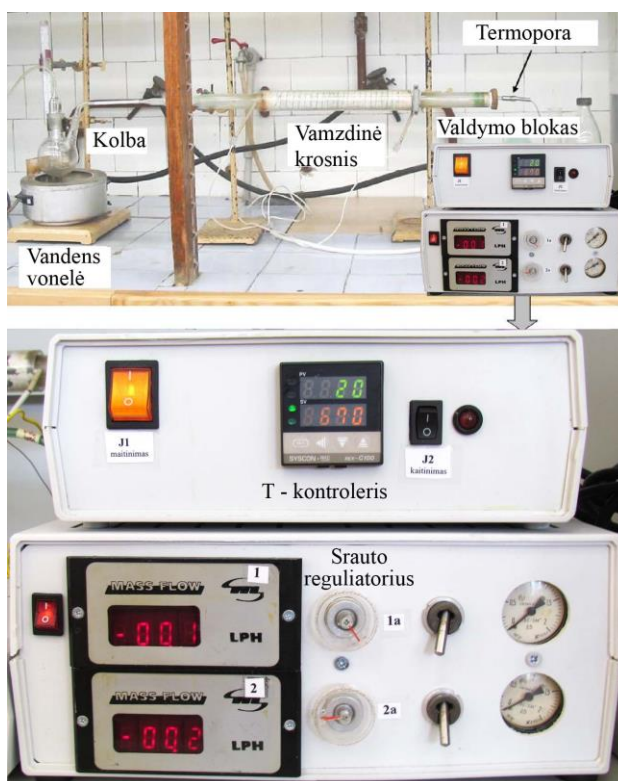
Priklausomai nuo CrCl<sub>3</sub> sintezės temperatūros, galima gauti skirtingą pagrindinio produkto išeigą ir įvairias pašalines medžiagas. Optimali CrCl<sub>3</sub> sintezei yra temperatūra 650-735°C. Sintezės eigai taip pat turi įtakos azoto srauto, nešančio CCl<sub>4</sub>, dydis bei CCl<sub>4</sub> garų koncentracija jame.

Darbe naudojama įranga pateikta Paveiksle 1.

Temperatūros kontrolės bloką įjungiamo į tinklą (jungiklis J1), kad įkaistų.

Į kvarcinę vamzdinę krosnį, ištraukus termoporą ir kamštį, įkišamas mažesnis kvarco vamzdis su 0.7 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> viename jo gale, taip, kad Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> būtų apie krosnies vidurį. Vėl įstatome kamštį ir termoporą. Patikriname, žiūrėdami pro antrą krosnies vamzdžio galą, kad termopora būtų apytikriai vamzdžio centre. Prie krosnies kvarcinio vamzdžio per šlitinį sujungimą prijungiame trigurklę kolbą ir paleidžiame reikiamą azoto dujų srautą (srauto reguliatoriaus 1a kanalas; apie 45 l/h, klausti laboranto). Temperatūros kontrolės bloke esančiame temperatūros kontroleryje (T-kontroleris) nustatome 660 °C užduotį (žiūr. prietaiso aprašymą) ir įjungiamo bloko jungiklį J2. Krosnis pradeda kaisti.

Krosnies temperatūrai pasiekus 660 °C ir jai nusistovėjus, į trigurklę kolbą greitai įpilama 100 ml CCl<sub>4</sub> ir ji vėl užkemšama. Kolba su CCl<sub>4</sub> šildoma vandens vonioje esant 50-



1 pav. Darbe naudojama įranga.

60°C. Per CCl<sub>4</sub> barbatuojant azotui, CCl<sub>4</sub> garai nešami į krosnį virš Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ir išeina pro kitą krosnies vamzdžio galą kartu su dujiniais reakcijos produktais. Reakcija vykdoma 2 valandas, po to krosnies kaitinimas išjungiamas (jungiklis J2) ir, vis dar leidžiant azoto srovę, sistema ataušinama iki ~200 °C. Po to sustabdomas azoto srautas ir aušinama kol temperatūra nukris žemiau 50 °C. Tada vidinis vamzdis išimamas. Tam tikroje vamzdžio zonoje susikaupę purpuriniai CrCl<sub>3</sub> kristalai surenkami išgramdant ir supilami į uždaromą indelį. Apskaičiuojama CrCl<sub>3</sub> išeiga, išmatuojamas nugaravusio CCl<sub>4</sub> kiekis. Aprašoma susidariusių produktų išvaizda.

Kiti susidarę pašaliniai produktai, pasiskirstę įvairiose vamzdžio zonose, toliau nebus naudojami, tad vamzdis išvalomas.

Išmatuojamas susintetinto CrCl<sub>3</sub> magnetinis jautris ir paskaičiuojamas chromo nesuporuotų elektronų skaičius junginyje (žiūr. darbo “Pereinamųjų elementų junginių magnetinių savybių tyrimas“ aprašymą).

Išmatuojama rentgeno spindulių difraktograma.

### **3. Klausimų temos darbo gynimui:**

Naudojama įranga, darbo eiga, gaunami produktai, jų identifikavimo metodai

Bevandenių druskų sintezės būdai

Magnetinės medžiagų savybės

### **4. Literatūra**

1. R.J. Angelici. Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry. 2nd edition.: Saunders: Philadelphia, 1977.

2. C. Stevenson, R. Rudman. High-temperature synthesis of anhydrous CrCl<sub>3</sub> and the thermally controlled formation of C<sub>6</sub>Cl<sub>6</sub> and C<sub>2</sub>Cl<sub>6</sub>, J. Chem. Educ., 1994, V. 71, N 8, 704

3. A.R. West. Basic Solid State Chemistry, 2000, John Wiley and Sons, Chichester-New York-Weinheim-Brisbane-Singapore-Toronto.

4. A.R. West. Solid State Chemistry and its Applications, 1984, John Wiley and Sons, Chichester-Singapore (arba 2 tomų vertimas į rusų kalbą, 1988, Mir, Maskva).