

ĆWICZENIE 1.

SYNTEZA TLENOWYCH ZWIĄZKÓW BORU.

I. Wykonanie ćwiczenia.

Część I. Wykonać podane niżej syntezy:

Synteza kwasu trioksoborowego (ortoborowego)- H_3BO_3

6.9 g sproszkowanego boraksu rozpuścić w 15 ml ciepłej wody. Jeśli boraks zawierał nierozpuszczalne zanieczyszczenia, roztwór przesączyć na gorąco przemywając zlewkę i sączek 4 ml gorącej wody. Wodę należy podgrzewać na płaszczu grzejnym. Następnie do klarownego roztworu dodawać kroplami 1 ml stężonego roztworu kwasu siarkowego(VI) intensywnie mieszając.

Otrzymany roztwór umieścić w łaźni lodowej.

Wydzielone kryształy odsączyć i przemyć je zimną wodą destylowaną. Sączenie wykonujemy na lejku Buchnera, przy pomocy pompki wodnej i kolby ssawkowej.

Następnie otrzymany kwas ponownie rozpuścić w 20 ml gorącej wody. Roztwór przesączyć na gorąco. Przesącz umieścić w łaźni lodowej. Wytrącony osad odsączyć, przemyć małą ilością zimnej wody. Suszyć na powietrzu w temperaturze 50-60°C. Zważyć.

Synteza nadtlenooksoboranu sodowego - $[NaBO_2 \cdot H_2O_2 \cdot 3H_2O]$

8 g sproszkowanego boraksu rozpuścić w 12 ml ciepłej wody i dodać powoli roztwór zawierający 1.6 g NaOH w 15 ml wody. Roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i dodać 5 ml 30% roztworu nadtlenku wodoru. Mieszaninę reagującą należy co kilka minut zamieszać bagietką. Po pewnym czasie z mieszaniny wypadają kryształy. Otrzymany produkt odsączyć, przemyć najpierw zimną wodą, a następnie kolejno 4 ml alkoholu etylowego i 4 ml eteru dietylowego. Osad zważyć po 20 minutach.

Część II. Przeprowadzić analizy otrzymanych substancji:

Analiza kwasu trioksoborowego (ortoborowego)

Odważyć z dokładnością do 0.1 mg ok. 0.1 g kwasu trioksoborowego. Odważkę rozpuścić w 30 ml wody, dodać 1 ml gliceryny i miareczkować 0,1 mol/dm³ mianowanym roztworem NaOH w obecności fenoloftaleiny. Kiedy pojawi się jasno różowy kolor, dodać 0,5 ml gliceryny. Jeżeli barwa zniknie, to kontynuować miareczkowanie do ponownego powstania zabarwienia roztworu. Procedurę powtarzać do momentu uzyskania trwałego (w czasie 1 min.) zabarwienia roztworu. Zanotować zużyty objętość titranta.

Analiza $[NaBO_2 \cdot H_2O_2 \cdot 3H_2O]$

Odważyć z dokładnością do 0,1 mg ok. 0,1 g otrzymanego związku. Odważkę rozpuścić w roztworze przygotowanym z 9 ml wody i 1 ml 20% roztworu kwasu siarkowego w kolbie stożkowej (Erlenmayera) ze szklanym korkiem. Następnie dodać 1 g jodku potasu, kolbkę zamknąć, zamieszać i odstawić na 20 minut w ciemne miejsce. Wydzielony jod miareczkować 0,05 mol/dm³ roztworem tiosiarczanu sodu w obecności skrobi. Zanotować zużyty objętość titranta.