تحضير ودراسة يوديد القصدير

معادلة التحضير :

$$Sn_{(s)} + 2\,I_{2_{(s)}} \rightarrow SnI_{4_{(s)}}$$

طريقة العمل :

1. تحضير المذيب اللازم للتفاعل وذلك بمزج 50 ml من حمض الخل الثلجي مع 50 ml من بلا ماء حمض الخل في دورق دائري.
2. إضافة 1.2 gm من القصدير و 5 gm من اليود .
3. تجهيز الدورق الدائري بمكثف عاكس.
4. التسخين أولا بلطف وعندما يهدأ التفاعل يسخن حتى الغليان مع التقطير تقطير معكوس وذلك حتى اختفاء اللون البنفسجي لبخار اليود (حوالي 30 – 40 min من بداية الغليان).
5. بعد انتهاء التفاعل يبرد المزيج في ماء مثلج ثم يرشح يوديد القصدير ذو اللون البرتقالي تحت الضغط بواسطة قمع بخنر.
6. يعاد بلورة يوديد القصدير باستعمال اصغر كمية من الكلوروفورم وذلك لتنقية المواد الصلبة حيث تذاب المادة غير النقية في مذيب ساخن جدا وتعزل أي مادة عالقة بترشيح السائل ، تحدد كمية المذيب المستعملة بحيث لا تنفصل المادة الصلبة عن المحلول خلال عملية الترشيح وإنما تنفصل عند تبريد الرشاحة ويفضل أن تذاب البلورات في اصغر كمية من المذيب الساخن أو المسخن لدرجة الغليان ثم يضاف حوالي 20 – 50 % زيادة منه و تغسل المواد المتبقية على ورقة الترشيح بقليل من المذيب الساخن.
7. متى كانت عملية تبريد الرشاحة ببطء كلما كان التبلور أفضل بشرط أن لا تحرك أو تهز الرشاحة بعد تبريد المحلول وهو مغطى في براد أو في جليد لزيادة مردود التبلور .
8. يجمع الناتج المتبلور بترشيحه على قمع بخنر تحت الفراغ ويغسل بقليل من المذيب البارد.

(تحذير : تسخن المذيبات العضوية على سخان كهربائي ولا ينبغي تسخينها باستخدام اللهب لان ذلك يسبب اشتعالها وحدوث حرائق)

احتياطات التجربة :

ملاحظات :

تعيين نسبة اليود في رباعي يوديد القصدير:

معادلة المعايرة في وسط حمضي ضعيف :

$$\mathbf{KIO_3 + 5\,KI + 6HCl \rightarrow 3I_2 + 6KCl + H_2O}$$

معادلة المعايرة في وسط حمضي قوي(4-6M HCl) :

$$\mathbf{KIO_3 + 2KI + 6HCl \rightarrow 3ICl + 3KCl + 3H_2O}$$

مراحل تكون أيون الايودونيوم:

1. $IO_3^- + 6e + 6H^+ \rightarrow I^- + 3H_2O$
2. $IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3I_2 + 3H_2O$
3. $IO_3^- + 2I_2 + 6H^+ \rightarrow 5I^+ + 3H_2O$

طريقة العمل :

1. يوزن بدقة 0.2 gm من يوديد القصدير المحضر سابقا ويوضع في دورق يود
2. أضيفي للعينة 30ml من HCl المركز و 10ml من CCl_4 .
3. عايري المزيج بإضافة يودات البوتاسيوم (0.025 M)حيث يتلون المحلول بشدة باليود .
4. تابعي الإضافة حتى يصبح لون المحلول بنياً باهتاً .
5. أغلقي دورق اليود بعد كل إضافة ورجي جيداً حتى تتلون طبقة CCl_4 باللون الأرجواني بسبب اليود .
6. تابعي الإضافة نقطة نقطة مع رج المحلول بعد كل إضافة حتى يختفي اللون الأرجواني للطبقة العضوية .
7. عندما تصبح الطبقة المائية ذات لون اصفر باهت والطبقة العضوية عديمة اللون تنتهي المعايرة
8. يتم حساب نسبة اليود في العينة ثم مقارنتها بالصيغة SnI_4

الحسابات:

احتياطات التجربة :