

四氯化锡微型制备新方法

周宁怀 屠小燕

(杭州师范学院化学系 杭州 310012)

摘 要 本文改进了四氯化锡制备的微型制备方法, 采用带导气管的井穴塞和井穴板构成氯气发生、纯化和尾气吸收的微型装置, 使合成反应装置大为简化并解决了实验室污染和三废处理的问题。

关键字 四氯化锡 微型制备 改进 新装置

New Approach for Micro-Synthesis of SnCl_4

ZHOU Ninghuai, TU Xiaoyan

(The Chemical Department of Hangzhou Teachers College 310012)

Abstract This paper reports the improvement of the approach for micro-synthesis of SnCl_4 . It adopts well-lids and well-plates which consist the micro-apparatus of preparation, purification and absorption of chlorine. This approach simplifies the apparatus of synthesis reaction and solves the problem of pollution and dealing with three wastes in the laboratory.

Key words SnCl_4 , Micro-synthesis, Improvement, New kit

四氯化锡的制备是大学无机化学的一个典型实验。由于四氯化锡极易水解, 因此要求在水条件下操作, 加之用到 Cl_2 为原料, 必须注意防止泄漏和三废处理。在常规实验中试剂用量大, 需在通风橱中操作, 在教学中很难做到学生个个操作^[1]。为此, 不少作者对这个实验进行了微型化的试验^[2,3], 但还存在一些问题。张立红等^[2]设计的微型装置基本是常规装置的缩微, 所用到的仪器部件多, 成本较高; 刘学文等^[3]设计的微型实验装置结构也较复杂。笔者采用带导气管的井穴塞与六孔井穴板配套组成氯气制备与净化的微型装置作为干燥氯气发生装置, 使 SnCl_4 制备的微型实验大为简化, 产率与纯度均较高且没有氯气泄漏, 无需通风橱即可进行实验并且整个实验时间只需 40min, 对反应废物摸索了实验后处理方法, 体现了绿色化学实验的要求。现介绍如下。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 六孔井穴板, 具双导气管的井穴塞, 5mL 注射器, 细胶管, 10mL 具支试管, 直角玻管, 橡皮塞, 干燥管, 酒精灯, 分析天平, 温度计, 生料带 (聚四氟乙烯薄膜)。

药品: 浓盐酸, Sn 粒, 浓 H_2SO_4 , 无水 CaCl_2 , 饱和 NaCl, 6mol/L NaOH。

1.2 实验装置与步骤

在干燥的直角玻管的长臂管中, 放入称量好的锡屑 (~70mg)。井穴板 A 和 B 中各井穴分别按图 1 的顺序加好相应的试剂。然后用已平整地缠好生料带 (2~3 圈) 的井穴塞逐一塞好各井穴, 以适当口径的乳胶管如图 1 连接各井穴、直角玻管 (氯化反应管) 与具支试管等。此时

需注意井穴 2[#]、5[#]、7[#]作缓冲用,长导管应是出气管,而其余井穴长导管为进气管道。把吸有 1.5mL 浓盐酸的注射器缓缓下推,慢慢滴入浓盐酸,保持有连续平缓的气流产生。等 Cl_2 排掉整套装置中的空气(约需 1min)后,加热 Sn 粒,片刻可看到 Sn 粒在氯气中燃烧,同时有白雾随气流进入具支试管。约 15min 后,锡粒反应完全,具支试管中可看到有 SnCl_4 液体生成,因溶有 Cl_2 呈黄色。

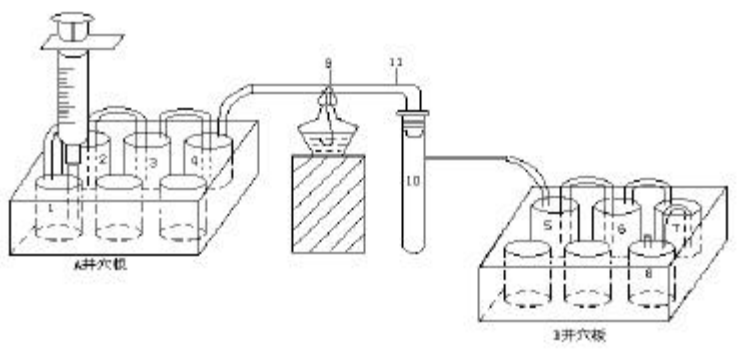


图 1 SnCl_4 微型制备示意图

1[#] KMnO_4 , 2[#] 缓冲装置, 3[#] 饱和 NaCl, 4[#] 浓 H_2SO_4 (井穴板 A), 5[#] 缓冲装置, 6[#] 浓 H_2SO_4 , 7[#] 缓冲装置, 8[#] 6mol/LNaOH(井穴板 B), 9[#] 直角玻璃长管中装入 Sn 粒, 10[#] 10mL 具支试管

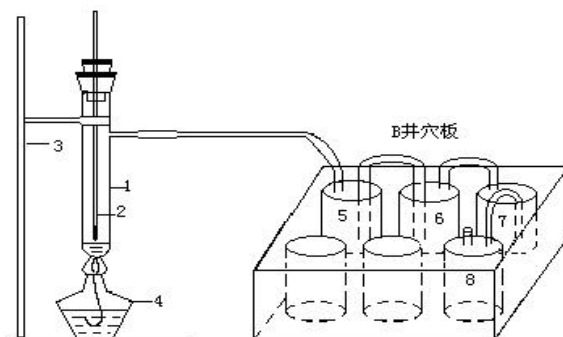


图 2 SnCl_4 沸点测定示意图

1[#] 10mL 具支试管, 2[#] 温度计, 3[#] 铁架台, 4[#] 酒精灯, 5[#] 缓冲装置, 6[#] 浓 H_2SO_4 , 7[#] 缓冲装置, 8[#] 6mol/LNaOH

把温度计通过温度计套管插入盛有 SnCl_4 液体的具支试管, 按图 2 所示装配^[5]。注意温度计的水银球要恰好位于 SnCl_4 液面的上方 1cm 处; 试管支管口与 SnCl_4 液面距离大于 5cm, (以保证 SnCl_4 蒸汽在室温下冷凝回流)。用酒精灯微火加热, 约 1min 后, 液体开始沸腾, 溶液逐渐由黄色变成无色, 继续加热 5min, 可赶净 SnCl_4 液体中的 Cl_2 , 得到纯净的无色透明的 SnCl_4 液体。继续加热, 片刻后, 可看到 SnCl_4 蒸汽在水银球上冷凝滴下。此时表示 SnCl_4 气液两相处于平衡状态, 温度计上的读数上升到保持一个恒定值即可读出 SnCl_4 的沸点(文献值 114°C)。取出温度计后加塞称出具支试管和 SnCl_4 质量, 扣除空试管及塞的质量, 求出产率。

1.3 实验数据

组数	1	2	3	4	5	6
锡粒质量/g	0.0623	0.0644	0.0817	0.0756	0.0523	0.0666
理论 SnCl_4 质量/g	0.1368	0.1414	0.1794	0.1660	0.1463	0.1149
实际 SnCl_4 质量/g	0.1160	0.1231	0.1519	0.1434	0.1263	0.1051
产率/%	84.8	87.1	84.7	86.4	86.3	91.5
产物沸点/ $^{\circ}\text{C}$	114	114	114	114	114	114

1.4 后处理

制备反应完毕后, 取下具支试管和玻管, 立刻把与 4#井穴孔相连的导管连接 B 板 5#井穴。同时把盛有 2mL 6mol/L NaOH 的注射器换下盛浓 HCl 的注射器。往 1#井穴滴加 NaOH 约 1min 后即可看到装置中无气体产生。此时可把装置集中到通风橱中拆开用水冲洗。若 1#井穴中有残留的 KMnO_4 , 可向井穴加入几滴浓盐酸即可把井穴洗干净。

2 讨论

本套实验装置的特点是采用与六孔井穴板配套的带双导气管的井穴塞通过导管把两块井穴板串联起来, 实施氯气发生、净化、干燥、尾气吸收等功能串联进行; 而令需直接加热的合成反应在串接于两块井穴板间的水平直角玻管上进行。既保持了原串联 W 型玻管反应器的优点——系列反应管道化、微型化, 大大减少仪器装置的成本 (不需蒸馏瓶、洗气瓶等, 优于张立红等的装置); 克服了 W 型玻管串联装置雍长、不易夹持^[4]的缺点。使微型制备可以用很少的试剂, 在很短的时间里 (合成反应仅 20min) 完成, 而且取得颇高的产率。显然, 此套装置稍加变更可用于气-固、气-液和气-气的微型反应, 是值得推广的微型反应装置。

氯气产生的速度是通过注射器滴加浓盐酸速度来控制。由于推下注射器时有加压作用保证了生成 Cl_2 能顺利通过整个反应装置。

为确保 Cl_2 生成的正常和 SnCl_4 的纯度, 在井穴 2# (A 板), 5#、7# (B 板) 中设置了预防倒吸的缓冲装置。此时井穴塞的长导气管应作为出气管道 (在制备、纯化、干燥的井穴中长导气管是进气管) 其机理与洗气瓶相似的。

采用本套微型装置, 只需 0.5 g KMnO_4 和 1.5mL 浓盐酸, 即可使 70mg 左右 Sn 完全反应生成 SnCl_4 。除可测定其沸点外, 还可以进行诸如水解性质实验, 使微型合成的原则——合成产品除足数后续反应测试使用外, 没有过多的剩余得到了贯彻, 而且增加了反应残渣与废液后处理的步骤, 使学生人人可以操作, 而没有 Cl_2 泄露, 避免了污染环境之虞。因此, 这是一个符合绿色化学要求的微型实验。

显然, 上述装置和方法有明显经济效益和环保效率, 实验更易操作和控制, 并节省时间, 可以做到学生人人动手实验, 值得推广应用。这个实验还表明微型化学实验不是常规实验的简单缩微或减量, 而是在微型化的条件下对实验进行的重新设计, 以达到用尽可能少的试剂来获取所需的化学信息的目标, 这对于培养学生的创新意识和动手能力有重要作用。

参考文献

- [1] 马世驹 等. “实验室连续合成无水 SnCl_4 方法二则”, 化学通报, 1999,(1):46.
- [2] 张立红 等. 微型无机化学实验. 北京:科学出版社, 2000:147~149.

- [3] 刘学文 等. 大学化学. 1995,(10):37~40.
- [4] 王俊礼, 刘颖 等. 聊城师院学报, 1990,(12):65.
- [5] Szafran Z, Pike R M, Foster J C. Microscale General Chemistry Laboratory. John Wiley & Sons.Inc, 1993:59.