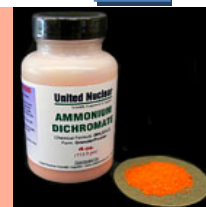




Получение хромового ангидрида и бихромата аммония



Хромовый ангидрид CrO_3 [оксид хрома (VI)]

Свойства

Темно-красные блестящие кристаллы ромбической системы, расплывающиеся на воздухе. Пл. $2,70 \text{ г/см}^3$. Реактив хорошо растворяется в воде (62,58% при $20 \text{ }^\circ\text{C}$), при этом образуется раствор хромовой кислоты H_2CrO_4 (константы диссоциации $K_1 = 1,8 \cdot 10^{-1}$, $K_2 = 3,20 \cdot 10^{-7}$ при $25 \text{ }^\circ\text{C}$). При нагревании препарат чернеет, при $196 \text{ }^\circ\text{C}$ плавится в красно-бурую жидкость. Выше $250 \text{ }^\circ\text{C}$ разлагается с отщеплением кислорода и образованием Cr_2O_3 , при $435 \text{ }^\circ\text{C}$ разложение заканчивается. Хромовый ангидрид является очень сильным окислителем: может вызывать воспламенение бумаги, спирт также вспыхивает при соприкосновении с кристаллами CrO_3 .

Получение

Хромовый ангидрид можно получить путем обработки раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ конц. H_2SO_4 .

К раствору 300 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 500 мл воды, нагретой до $75 \text{ }^\circ\text{C}$, добавляют при перемешивании (осторожно!) 420 мл H_2SO_4 (пл. 1,84). Смесь сильно разогревается и после охлаждения выпадают кристаллы KHSO_4 . Через 6—8 ч раствор сливают с кристаллов, нагревают его на водяной бане до $80\text{—}90 \text{ }^\circ\text{C}$ и при перемешивании добавляют еще 150 мл H_2SO_4 (пл. 1,84). Выпавшие мелкие кристаллы CrO_3 растворяют в минимальном количестве воды. Раствор упаривают до образования толстой пленки кристаллов и затем медленно охлаждают. Образовавшиеся крупные кристаллы CrO_3 отсасывают на фарфоровой воронке без бумажного фильтра, а маточный раствор снова упаривают до образования пленки кристаллов и кристаллизуют¹.

Для удаления примеси H_2SO_4 кристаллы CrO_3 , не промывая, переносят в банку с притертой пробкой и заливают их HNO_3 (ч.д.а., пл. 1,40) так, чтобы жидкость полностью покрывала кристаллы. Время от времени смесь взбалтывают. Через 10—12 ч кислоту сливают. Наливают свежую порцию HNO_3 и повторяют промывку, как указано выше.

¹ Маточный раствор после второй кристаллизации целесообразно использовать в качестве хромовой смеси.



wikipedia.org



ecplaza.com

Хромовый ангидрид

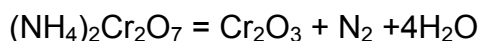
Всего проводят три промывки. Затем кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера (не применяя бумажного фильтра), промывают 3 раза и сушат (под тягой) в чашке на песочной бане при 60—100 °С, часто перемешивая, особенно в конце сушки. Когда выделение белых паров HNO_3 прекратится и масса станет сыпучей и сухой, сушку продолжают в сушильном шкафу при 100 °С, после чего охлаждают в эксикаторе над H_2SO_4 .

Выход 110—115 г (54—58%). Полученный препарат обычно соответствует реактиву квалификации ч. д. а. или ч.²

Бихромат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

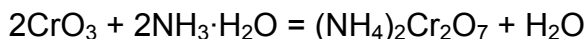
Свойства

Оранжево-красные кристаллы моноклинной системы, пл. 2,15 г/см³. Реактив хорошо растворим в воде (26,1% при 20 °С) и этиловом спирте. При 168 °С разлагается (реакция сопровождается появлением пламени), с выделением Cr_2O_3 в виде рыхлого порошка:



Получение

Препарат получают взаимодействием хромового ангидрида с водным аммиаком:



² Наивысшая чистота препарата не превышает 99,87% даже при длительном высушивании в вакууме при 70 °С с периодическим продуванием воздуха для удаления паров HNO_3 .



Растворяют 156 г CrO_3 в 200 мл воды при 45—50 °С, дают отстояться и осторожно сливают раствор с осадка. В стакан или фарфоровую чашку, охлаждаемую льдом, помещают 120 мл прозрачного раствора, охлаждают до 8—10 °С и затем добавляют небольшими порциями при непрерывном помешивании $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (около 60 мл, пл. 0,91) до нейтральной реакции на конго красный, следя за тем, чтобы температура не поднималась выше 15 °С.

Раствор охлаждают до 10 °С. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают 10—15 мл ледяной воды и сушат при 50 °С.

Получают ~50 г препарата, обычно соответствующего квалификации ч. д. а. Маточный раствор после упаривания при 70 °С до образования пленки кристаллов и последующего охлаждения до 10 °С дает еще 30 г менее чистого препарата. Такой продукт можно перекристаллизовать. Для этого 30 г соли растворяют в 45 мл воды при 70—75 °С, фильтруют, фильтрат упаривают при 70 °С до образования кристаллической пленки и охлаждают до 10 °С. Выход ~12 г.



wikipedia.org



фото В.Н. Витер

Бихромат аммония

Источник: Ю.В. Карякин, И.И. Ангелов. Чистые химические вещества.



Предупреждение: работа с соединениями хрома (VI) и в особенности – с хромовым ангидридом связана с повышенным риском для здоровья. Методики рассчитаны только на опытных химиков, которые работают в условиях хорошо оборудованной лаборатории.