

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования**
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания по проведению практических занятий
По дисциплине «Основы неорганического синтеза»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
Направленность (профиль)
Неорганическая и аналитическая химия

Ставрополь, 2026 г.

Введение	9
Техника безопасности в лаборатории неорганического синтеза	11
Функциональные материалы в современной неорганической химии	
Определение температуры плавления веществ	14
Определение температуры кипения веществ	16
Определение относительной плотности жидкости ареометром	17
Разделение и очистка неорганических веществ	18
Кристаллизация хлорида натрия (NaCl)	19
Перекристаллизация борной кислоты (H_3BO_3)	20
Перекристаллизация нитрата калия (KNO_3)	20
Химическая очистка и перекристаллизация хлорида калия (KCl)	21
Очистка дихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)	22
Перекристаллизация тетрабората натрия (бур) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	22
Очистка пентагидрата сульфата меди (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	23
Очистка нитрата бария выпариванием растворителя ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$)	24
Очистка йода методом возгонки (сублимации)	24
План оформления синтеза неорганического вещества	26
Термодинамические принципы синтеза	
Получение неметаллов	29
Кремний (Si)	29
Получение металлов	30
Хром (Cr)	30
Железо (Fe)	30
Медь (Cu), 1-й способ	31
Медь (Cu), 2-й способ	31
Кинетические и структурные принципы синтеза	

Получение оксидов металлов I группы периодической системы	32
Оксид меди (I) (Cu_2O)	32
Оксид меди (II) (CuO)	33
Получение оксидов металлов II группы периодической системы	33
Оксид магния (MgO)	33
Оксид кальция (CaO)	34
Оксид стронция (SrO)	34
Оксид бария (BaO)	35
Оксид цинка (ZnO)	35
Оксид кадмия (CdO)	36
Получение оксидов металлов IV группы периодической системы	37
Оксид олова (II) (SnO)	37
Оксид олова (IV) (SnO_2)	38
Оксид свинца (II) (PbO)	38
Оксид свинца (IV) (PbO_2)	39
Получение оксидов металлов VI группы периодической системы	40
Оксид хрома (VI) (CrO_3)	40
Получение оксидов металлов VIII группы периодической системы	40
Оксид кобальта (II, III) (Co_3O_4).	40
Оксид никеля (II) (NiO)	41
Физико – химические основы очистки синтезируемых соединений	
Получение гидроксидов металлов I группы периодической системы	42
Гидроксид меди (II) ($\text{Cu}(\text{OH})_2$), 1-й способ	42

Гидроксид меди (II) ($\text{Cu}(\text{OH})_2$), 2-й способ	43
Получение гидроксидов металлов II группы периодической системы	44
Гидроксид магния ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)	44
Гидроксид кальция ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), 1-й способ	44
Гидроксид кальция ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), 2-й способ	45
Гидроксид стронция ($\text{Sr}(\text{OH})_2$)	45
Гидроксид бария ($\text{Ba}(\text{OH})_2$)	46
Гидроксид цинка ($\text{Zn}(\text{OH})_2$)	47
Гидроксид кадмия ($\text{Cd}(\text{OH})_2$)	48
Получение гидроксидов металлов III группы периодической системы	48
Гидроксид алюминия (гипс) ($\text{Al}(\text{OH})_3$)	48
Получение гидроксидов металлов IV группой периодической системы	49
Гидроксид свинца (II) ($\text{Pb}(\text{OH})_2$)	49
Получение гидроксидов металлов VIII группы периодической системы	50
Гидроксид железа (III) ($\text{Fe}(\text{OH})_3$)	50
Гидроксид кобальта (II) ($\text{Co}(\text{OH})_2$) (синяя модификация)	50
Гидроксид кобальта (II) ($\text{Co}(\text{OH})_2$) (розовая модификация)	51
Гидроксид никеля (II) ($\text{Ni}(\text{OH})_2$)	52
Современные методы синтеза неорганических веществ и материалов	
Ортоборная кислота (H_3BO_3)	53
Метакремниевая кислота (H_2SiO_3)	54
Кремнемолибденовая кислота ($\text{H}_4\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}$)	54
β -оловянная кислота ($\text{SnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	55

Молибденовая кислота (H_2MoO_4)	56
Метамарганцеватистая кислота (H_2MnO_3)	57
Бромоводородная кислота (HBr).	57
Йодноватая кислота (HIO_3), 1-й способ.	59
Йодноватая кислота (HIO_3), 2-й способ.	60
Список рекомендуемой литературы.	63

Приложения

Приложение 1. Качественные реакции катионов	67
Приложение 2. Качественные реакции анионов.	73
Приложение 3. Окрашивание пламени ионами металлов	76
Приложение 4. Основные способы выражения состава раствора.	80
Приложение 5. Расчет количества и концентрации исходных веществ .	83
Приложение 6. Расчет практического выхода продукта.	85
Приложение 7. Термохимические расчеты: энтальпия, энтропия, энергия Гиббса	86

ВВЕДЕНИЕ

Практикум по дисциплине «Неорганический синтез» предназначен для студентов химических профилей, обучающихся по направлению подготовки 44.03.05 «Педагогическое образование». Структура соответствует логике изучения дисциплины и условно разделена на четыре блока:

1) правила по технике безопасности в лаборатории неорганического синтеза, включающие общие правила работы в лаборатории и с химическими реактивами;

2) методики определения некоторых физических констант (температуры плавления, кипения и плотности), владение которыми необходимо для идентификации полученных веществ;

3) методики разделения и очистки неорганических веществ, которые часто являются одной из стадий синтеза заданного вещества;

4) собственно методики синтеза простых и сложных неорганических веществ разных классов: металлов, неметаллов, оксидов, оснований, кислот, солей и комплексных соединений.

Все методики синтеза имеют четкую структуру: в начале темы синтеза определенного класса веществ перечислено необходимое оборудование, а в каждой методике синтеза конкретного соединения указаны реактивы, ход работы (собственно методика), уравнение(я) реакции(й), при необходимости даны пояснения к опыту и техника безопасности. Синтезы представлены в порядке расположения входящих в их состав элементов в периодической системе химических элементов Д. И. Менделеева (от первой к восьмой группе).

Выполнение экспериментальных работ неорганического синтеза предполагает наличие таких личностных качеств, как: внимательность, аккуратность, наблюдательность, самостоятельность и самоконтроль, а также овладение практическими умениями и навыками: организационными (планирование эксперимента, чистота рабочего места); техническими (работа с реактивами и оборудованием, соблюдение техники безопасности); измерительными (измерение температуры, плотности; взвешивание); интеллектуальными (постановка цели эксперимента, выдвижение гипотезы, использование

имеющихся знаний, описание, анализ, обобщение, выводы); конструкторскими (ремонт, усовершенствование, сборка оборудования и установок).

Для организации самостоятельной работы студентов в данном учебном издании приведен список рекомендуемой литературы, включающий учебники и учебные пособия, практикумы, электронные образовательные ресурсы, справочные пособия, сборники задач и др.

С целью развития организационных и интеллектуальных умений студентов в практикум включен план оформления отчета по синтезу неорганического вещества, а в приложениях приведены качественные реакции катионов и анионов для облегчения идентификации полученных веществ, а также краткие теоретические сведения и примеры расчетов состава раствора, количества и концентрации исходных веществ и термодинамические расчеты.

Успехов в осуществлении синтезов неорганических веществ!

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ В ЛАБОРАТОРИИ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

ОБЩИЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

1. В лаборатории неорганического синтеза соблюдайте чистоту, тишину, порядок и правила техники безопасности. Не загромождайте рабочий стол посторонними предметами!

2. На каждое занятие назначается дежурный для поддержания порядка в лаборатории и помощи лаборанту. До начала работы дежурный «принимает» лабораторию, а по ее окончании – «сдает».

3. На занятие приходите хорошо подготовленными, знайте методику эксперимента и свойства веществ, с которыми работаете.

4. Перед началом проведения опытов обязательно пройдите инструктаж по технике безопасности и распишитесь об этом в специальном журнале.

5. Прежде, чем начать синтез, обсудите с преподавателем план и место работы, а также схему установки, если таковая имеется.

6. Перед началом работы проверьте наличие всего необходимого оборудования и реактивов; убедитесь в чистоте химической посуды.

7. Работайте в лаборатории только в халате!

8. К моменту выполнения наиболее опасной и ответственной части работы поставьте об этом в известность преподавателя или лаборанта.

9. При выполнении эксперимента соблюдайте правила работы с реактивами и оборудованием и придерживайтесь предложенной методики эксперимента.

10. Работу организуйте так, чтобы уложиться в отведенное время и не мешать другим.

11. Не оставляйте протекающие процессы без присмотра, будьте внимательными, отмечайте все происходящие изменения, фиксируйте результаты наблюдений в рабочей тетради.

12. После завершения эксперимента рабочее место приведите в порядок и «сдайте» дежурному.

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ХИМИЧЕСКИМИ РЕАКТИВАМИ

1. Все опыты с ядовитыми, сильно пахнущими веществами, с концентрированными кислотами и щелочами проводите только в вытяжном шкафу. При этом стекло вытяжного шкафа оставляйте открытым с учетом степени опасности вещества. После завершения работы шкаф закройте.

2. Со всеми веществами в лаборатории обращайтесь как с более или менее ядовитыми, так как $\frac{3}{4}$ веществ, применяемых в лаборатории, ядовиты!

3. Никогда не принимайте пищу в химической лаборатории и не пейте воду из химической посуды.

4. Прежде чем использовать тот или иной реактив, убедитесь по этикетке в соответствии его названия, степени чистоты (для сухого вещества) или концентрации (для растворов веществ). Если на склянке с реактивом нет этикетки или надписи, то пользоваться им нельзя!

5. Расходуйте реактивы в указанном (рассчитанном) количестве. Излишки реактива никогда не возвращайте обратно в посуду, выливайте в банки для слива, стоящие под тягой или бросайте в мусорный ящик.

6. Ни в коем случае не допускайте загрязнения реактива. Все склянки с реактивами держите закрытыми и открывайте только в момент употребления. Не путайте пробки от разных склянок! При работе с реактивом пробки должны находиться перевернутыми рядом со склянкой.

7. Отбор реактива производите только тщательно вымытыми шпателями, ложечками и пипетками.

8. Не уносите на свое рабочее место реактивы общего пользования и находящиеся под тягой.

9. Опыты с легковоспламеняющимися веществами (ЛВВ) проводите вдали (не менее 2 м) от открытого огня. При проливе значи-

тельных количеств ЛВВ следует устранить возможность воспламенения паров – обесточить работающее электрооборудование общим рубильником, погасить спиртовки.

10. Нельзя пробовать на вкус, а также всасывать через пипетки любые вещества и их растворы.

11. Во избежание попадания брызг в лицо не наклоняйтесь над нагреваемой жидкостью или сплавляемыми веществами. При нагревании растворов в пробирке пользуйтесь держателем и направляйте отверстие пробирки от себя и от своих соседей.

12. Определяя запах вещества, не наклоняйтесь над пробиркой, а направляйте к себе пары или газы легким движением руки.

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ В СОВРЕМЕННОЙ НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Реактивы: глицерин, растворы исследуемых веществ.

Оборудование: ареометр, бумага фильтровальная, весы электрические, капилляр тонкий и широкий, кольцо и лапка для лабораторного штатива, кольцо резиновое, палочка стеклянная, пробирка демонстрационная, сетка асбестовая, спиртовка, спички, стакан химический (200 мл), термометр, цилиндр мерный (100 мл), штатив лабораторный, электроплитка.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ

Методика работы

Способ № 1:

1. На шарик (носик) термометра помещают несколько крупинок исследуемого вещества.
2. Держа термометр *горизонтально* над плиткой, на расстоянии 2–3 мм от ее поверхности или над пламенем спиртовки, медленно нагревают его до начинающегося плавления вещества. Выбор нагревательного прибора осуществляют в зависимости от теоретического значения температуры плавления ($t_{пл}$).
3. При нагревании следят за показаниями термометра. Погрешность определения температуры плавления таким способом составляет 2–3 °С.

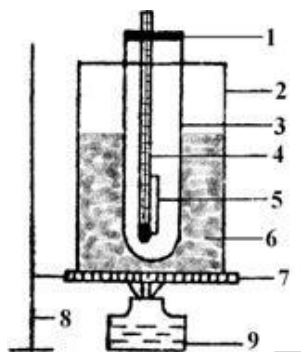
Способ № 2:

1. Небольшое количество исследуемого вещества растирают в ступке.
2. Открытый конец капилляра с внутренним диаметром 1 мм и высотой 40–50 мм опускают в вещество. Для того чтобы переместить вещество на дно капилляра и плотно утрамбовать, постукивают запаянным концом капилляра с веществом, а затем бросают его

несколько раз в вертикально поставленную стеклянную трубку длиной 25–30 см. Высота вещества в капилляре должна быть 2–3 мм.

3. Затем прикрепляют капилляр резиновым колечком к термометру так, чтобы его конец был на уровне середины ртутного столбика. Термометр вставляют в прибор для определения температуры плавления так, как показано ниже на рисунке 1, и начинают нагревание.

4. При нагревании прибора температуру повышают на 5–10 °С в минуту, а при температурах, близких к температуре плавления – на 1–2 °С в минуту.



Детали установки:

- 1 – пробка;
- 2 – стакан с нагреваемой жидкостью (глицерин);
- 3 – пробирка;
- 4 – термометр;
- 5 – капилляр;
- 6 – глицерин;
- 7 – асбестовая сетка;
- 8 – лабораторный штатив;
- 9 – спиртовка.

Рис. 1. Прибор для определения температуры плавления

Задания

1. По указанию преподавателя определите температуру плавления вещества. Полученные результаты оформите в виде таблицы:

Название вещества	Формула вещества	♦♦ пл. теор., °С	♦♦ пл. практ., °С	
			способ № 1	способ № 2

2. Какой из способов определения температуры плавления более точный? Ответ поясните.

3. Сделайте вывод о чистоте исследуемого вещества.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ ВЕЩЕСТВ

Методика работы

1. В широкий капилляр (запаянный с одного конца) диаметром 3–4 мм и длиной 4–5 см помещают 2–3 капли исследуемой жидкости.

2. Затем в широкий капилляр вставляют тонкий капилляр, запаянный с верхнего конца, длиной 7–10 мм и диаметром 0,2–0,5 мм (рис. 2).

3. Широкий капилляр прикрепляют к термометру резиновым кольцом или проволокой так же, как это делают при определении температуры плавления.

4. Термометр с капилляром помещают в прибор для определения температуры кипения и *медленно* его нагревают, не перегревая жидкость. (За 10–15 °С до теоретического значения температуры кипения нагревание следует проводить особенно медленно!) Быстрое непрерывное выделение пузырьков воздуха из внутреннего капилляра указывает на то, что жидкость закипела.

5. Нагревание прекращают и фиксируют момент, когда при охлаждении жидкости внезапно прекратится выделение пузырьков.



Рис. 2. Прибор для определения температуры кипения

Задания

1. По указанию преподавателя определите температуру кипения вещества.

2. Полученные результаты оформите в виде таблицы:

Название вещества	Формула вещества	♦♦ кип. теор., °C	♦♦ кип. практ., °C

3. Сделайте вывод о чистоте исследуемого вещества.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТИ АРЕОМЕТРОМ

- ! Применение *ареометра* позволяет определить плотность жидкостей с точностью до 1 % (0,01), *пикнометра* – до 0,1 % (0,001), *рефрактометра* – до 0,01 % (0,0001).

Методика работы

В сухой стеклянный цилиндр емкостью 250 мл наливают исследуемую жидкость и перемешивают палочкой для выравнивания температуры и плотности по всему объему цилиндра. Погружают в цилиндр термометр и записывают его показания. Затем помещают в цилиндр с исследуемой жидкостью сухой ареометр так, чтобы он не касался стенок и дна цилиндра. После прекращения колебаний ареометра (через 3–4 минуты) снимают показания с его шкалы с точностью до третьего знака, при этом глаз наблюдателя должен быть на уровне мениска.

Задания

1. Какой объем жидкости должен быть в цилиндре?
2. По какой метке (верхней или нижней) смотрят значение плотности на шкале ареометра? Дайте ответ для окрашенных и неокрашенных растворов; вязких и невязких.
3. По указанию преподавателя определите относительную плотность вещества. Полученные результаты оформите в виде таблицы:

Название вещества	Формула	Внешний вид	ρ теор., г/см ³	ρ практ., г/см ³

4. Сделайте вывод о чистоте исследованного вещества.

РАЗДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Оборудование: бумага фильтровальная, вата, весы электрические, воронка Бюхнера, воронка для горячего фильтрования, воронка капельная, воронка стеклянная коническая, колба Бунзена, колба Вюрца, насос водоструйный, палочка стеклянная, пробирка мерная, сетка асбестовая, стакан химический (200 мл), термометр, трубка газоотводная, цилиндр мерный, чашка фарфоровая, шкаф сушильный, штатив лабораторный, эксикатор, электроплитка.

Вопросы для домашней подготовки к теоретической части лабораторной работы

1. Что такое перекристаллизация? Какова элементарная схема процесса?
2. Что такое насыщенный, ненасыщенный и пересыщенный растворы? Как готовить насыщенный раствор?
3. В чем сущность каждого из видов перекристаллизации: политермической дробной, изотермической (метода высаливания) кристаллизации?
4. В каком случае нельзя очистить вещество политермической кристаллизацией? Приведите примеры.
5. Как рассчитать выход вещества (%) после перекристаллизации?

Задания для домашней подготовки к экспериментальной части лабораторной работы

Перед занятием найдите и выпишите физико-химические характеристики очищаемого вещества: внешний вид, цвет, устойчивость на воздухе и при нагревании, $\rho_{пл}$, $\rho_{кнп}$, растворимость, области применения.

КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ хлорида НАТРИЯ ~~NaCl~~

Реактивы: хлорид натрия NaCl , (конц.) серная H_2SO_4 и соляная HCl кислоты.

Методика работы

Получают насыщенный при комнатной температуре раствор хлорида натрия в 100 мл воды. Раствор отфильтровывают, фильтрат насыщают газообразным хлороводородом (см. инструкцию ниже). Хлорид натрия плохо растворяется в образующейся соляной кислоте и выпадает в осадок в виде кристаллов. Кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим объемом очень разбавленной соляной кислоты, один раз холодной водой и высушивают до постоянной массы при температуре $60\text{--}80\text{ }^\circ\text{C}$, при этом улетучивается хлороводород. Очищенную соль хранят в склянке с притертой пробкой.

Получение хлороводорода:

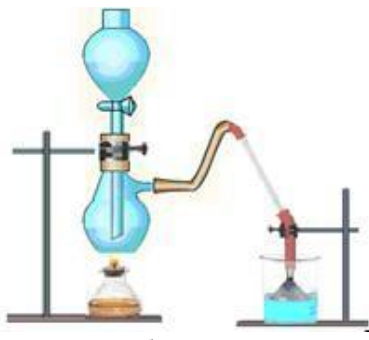


Рис. 3. Прибор для получения хлороводорода

1. Собирают прибор для получения хлороводорода (рис. 3).
2. В реакционный сосуд (колбу Вюрца) помещают 15–20 г хлорида натрия.
3. В капельную воронку вливают концентрированную серную кислоту.
4. На конец газоотводной трубки надевают коническую воронку, чтобы его расширить и трубка не забивалась кристаллами.

5. Газоотводную трубку опускают в приемник (колбу, пробирку, стакан) с насыщенным раствором хлорида натрия и держат близко над раствором.

6. Отверстие сосуда-приемника закрывают комочком ваты.

7. Постепенно приливают концентрированную серную кислоту в реакционный сосуд, который для ускорения реакции можно слегка подогреть.

пЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ (H_3BO_3)

Реактивы: кислота борная H_3BO_3 , кислота азотная HNO_3 (1,2 г/см³), дифениламин $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$.

Методика работы

10 г борной кислоты растворяют в 160 мл дистиллированной воды, нагретой до 30–40 °С, и фильтруют. К фильтрату прибавляют 0,4 мл азотной кислоты (1,2 г/см³) и упаривают до начала кристаллизации.

Затем смесь охлаждают, выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают ледяной водой, отмывают от нитрат-иона NO_3^- . В промывных водах проверяют отсутствие нитрат-иона реакцией с дифениламином.

Промытые кристаллы высушивают между листами фильтровальной бумаги при комнатной температуре. Маточный раствор собирают, снова упаривают и получают еще некоторое количество борной кислоты.

пЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ НИТРАТА КАЛИЯ (KNO_3)

Реактивы: нитрат калия KNO_3 , карбонат калия K_2CO_3 .

Методика работы

Растворяют 25 г нитрата калия в 30 мл воды при 70 °С. Для удаления примесей катионов железа (III) Fe^{3+} и других катионов добавляют 0,05 г карбоната калия. Смесь кипятят, образовавшийся осадок отфильтровывают. Фильтрат охлаждают, помешивая стеклянной палочкой, до комнатной температуры или до 0 °С. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и высушивают. Из маточного раствора можно получить еще некоторое количество кристаллов нитрата калия.

ХИМИЧЕСКАЯ ОЧИСТКА И ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ХЛОРИДА КАЛИЯ (КСО)

Реактивы: хлорид калия KCl (техн.), карбонат калия K_2CO_3 , дигидрат хлорида бария $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, хлорид бария $BaCl_2$, перекись водорода H_2O_2 3%-й раствор, кислота соляная HCl (конц.) и 10%-й раствор, кислота серная H_2SO_4 10%-й раствор, сероводородная вода H_2S .

Методика работы

10 г хлорида калия растворяют в 30 мл горячей дистиллированной воды и приливают насыщенный раствор 0,5 г дигидрата хлорида бария. После отстаивания раствора проверяют полноту осаждения сульфат-иона SO_4^{2-} (в пробе фильтрата при добавлении соляной кислоты и хлорида бария не должно появляться мутности или осадка).

Раствор фильтруют, добавляют 0,5 мл 3%-го раствора перекиси водорода и концентрированный раствор 6 г карбоната калия. После отстаивания проверяют полноту осаждения катионов бария Ba^{2+} (в пробе фильтрата при подкислении 10%-м раствором серной кислоты не должно появляться мутности или осадка).

Снова фильтруют, приливают несколько миллилитров сероводородной воды и выдерживают для полного осаждения сульфидов тяжелых металлов.

Затем раствор фильтруют, упаривают, оставляя небольшой объем жидкости и добавляют 0,5 мл соляной кислоты (х. ч. (химически чистый), $\rho = 1,12 \text{ г/см}^3$). Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и сушат в сушильном шкафу при 100–120 °С.

Полученный препарат обычно соответствует реактиву квалификации ч. д. а. (чистый для анализа). Если проводить кристаллизацию при перемешивании раствора механической мешалкой (150–200 об/мин), то препарат получается значительно чище (по содержанию примесей сульфатов и аммония).

ОЧИСТКА ДИХРОМАТА КАЛИЯ ($K_2Cr_2O_7$)

Реактивы: бихромат калия $K_2Cr_2O_7$.

Методика работы

10 г бихромата калия растворяют в 100 мл горячей дистиллированной воды. Раствор фильтруют, фильтрат упаривают до 20 мл, а затем охлаждают при перемешивании. Для удаления примесей катионов железа (III) Fe^{3+} и других катионов добавляют карбонат калия. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают 3 раза ледяной водой и высушивают. Для получения более чистых кристаллов полученную соль перекристаллизовывают. Из маточного раствора можно получить еще некоторое количество кристаллов $K_2Cr_2O_7$.

ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ТЕТРАБОРАТА НАТРИЯ (буры) ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)

Реактивы: декагидрат тетрабората натрия $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$.

Методика работы

25 г тетрабората натрия при 60 °С растворяют в 50 мл дистиллированной воды. Раствор быстро фильтруют через складчатый фильтр с помощью воронки для горячего фильтрования (рис. 4).

Фильтрат сначала медленно охлаждают до 25–30 °С, а затем быстро в ледяной воде. Кристаллизация усиливается при помешивании раствора стеклянной палочкой.

Выпавшие кристаллы тетрабората натрия отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством дистиллированной воды и высушивают

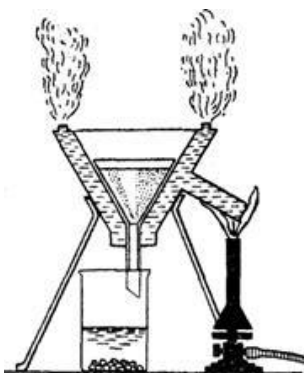


Рис. 4. Фильтрование с помощью воронки для горячего фильтрования

между листами фильтровальной бумаги в течение 2–3 дней. Высушенные кристаллы должны легко отставать от стеклянной палочки. Перекристаллизованную соль хранят в склянке с хорошо притертой пробкой.

ОЧИСТКА пЕНТАГИДРАТА Сульфата МЕДИ (❖❖) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

Реактивы: пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, перекись водорода H_2O_2 3%-й раствор, гидроксид натрия NaOH 20%-й раствор.

! Сульфат меди (II) может содержать примеси катионов железа (II) Fe^{2+} и других катионов. При очистке соли катион железа (II) Fe^{2+} окисляют в катион железа (III) Fe^{3+} пероксидом водорода и затем осаждают щелочью.

Методика работы

20 г пентагидрата сульфата меди (II) растворяют в 100 мл горячей дистиллированной воды, прибавляют 0,5–1 мл 3%-го раствора перекиси водорода и 1 мл 20%-го раствора гидроксида натрия. Смесь кипятят и отфильтровывают. Фильтрат упаривают до появления кристаллической пленки и охлаждают. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера.

Для получения более чистых кристаллов полученную соль перекристаллизуют из водного раствора. При перекристаллизации насыщенный раствор соли нагревают при 105 °С примерно 20–30 минут, а затем охлаждают.

Кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и высушивают в эксикаторе над 13%-м раствором серной кислоты до постоянной массы. Получается устойчивый пентагидрат сульфата меди (II).

ОЧИСТКА НИТРАТА БАРИЯ ВЫПАРИВАНИЕМ РАСТВОРИТЕЛЯ ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$)

Реактивы: нитрат бария $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, активированный уголь.

Методика работы

15–20 г нитрата бария растворяют в 60–80 мл горячей дистиллированной воды. К раствору добавляют 0,5 г активированного угля. Смесь кипятят 10 минут, фильтруют, а затем охлаждают фильтрат во льду.

Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и высушивают при 100 °С в сушильном шкафу. Из маточного раствора можно получить еще некоторое количество кристаллов нитрата бария.

ОЧИСТКА ЙОДА МЕТОДОМ ВОЗГОНКИ (Сублимации)

Реактивы: йод кристаллический I_2 .

Методика работы

Собирают установку по возгонке при атмосферном давлении так, как это показано на рисунке 5, где верхняя часть установки выполняет функцию холодильника, а нижняя часть – реакционного сосуда.

Установка на рисунке 5а состоит из двух часовых стекол одинакового диаметра, на рисунке 5б – из

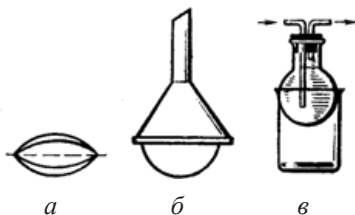


Рис. 5. Установки по возгонке при атмосферном давлении

фарфоровой чашки и стеклянной конической воронки, на рисунке 5в – из термостойкого химического стакана и круглодонной колбы с циркулирующей водой. Если в качестве холодильника выбраны часовое стекло или стеклянная коническая воронка, то их обкладывают обрезками влажной фильтровальной бумаги, а у воронки (рис. 5б) носик затыкают ватой.

В нижнюю часть установки помещают около 5 г очищаемого вещества и закрывают холодильником. Для установок, показанных на рисунках 5а и 5б между реакционным сосудом и холодильником помещают перфорированную фильтровальную бумагу, соответствующую по форме реакционному сосуду и полностью закрывающую его. Проверяют герметичность прибора и нагревают его в течение 45 минут на горячей электроплитке следя, чтобы поверхность холодильника всегда была холодной. Для этого в круглодонной колбе постоянно должна циркулировать вода (рис. 5в), а для установок, показанных на рис. 5а и 5б, при необходимости нужно аккуратно смачивать обрезки фильтровальной бумаги, покрывающей поверхность холодильников, следя за тем, чтобы при этом вода не попала в реакционный сосуд.



Опыт выполняют только под тягой!

Установку разбирают только после ее полного остывания до комнатной температуры!!!

После проведения очистки веществ выполните следующие задания:

1. Измерьте массу вещества до и после очистки и рассчитайте массовую долю примесей (φ) по формуле:

$$\varphi = \frac{m_{\text{до оч-ки}}}{m_{\text{после оч-ки}}} \cdot 100\%$$

2. Определите температуру плавления вещества и сделайте вывод об эффективности проведенной очистки.

3. Полученные результаты поместите в таблицу:

Название вещества	Формула	Метод очистки	$m_{\text{до оч-ки}}$, г	$m_{\text{после оч-ки}}$, г	φ , %	$t_{\text{пл}}$, °C

4. Сделайте общий вывод по работе.

ПЛАН ОФОРМЛЕНИЯ СИНТЕЗА НЕОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА

Тема синтеза

Например: «Получение кислот», «Получение комплексных соединений».

Название синтеза

Например: «Получение оксида меди (I)», «Получение гидроксида меди (II)», «Получение кремниевой кислоты», «Получение манганата калия».

1. Цель синтеза

Получить какое-то вещество реакцией такого-то типа.

Например: «Получить оксид олова (IV) окислительно-восстановительной реакцией», «Получить гидроксид цинка реакцией двойного обмена», «Получить сульфат тетраамминомеди (II) реакцией присоединения».

2. Реактивы

Указать названия реактивов, концентрацию, количество.

Например: гидроксид натрия, 12,0 г; гидроксид калия (1 н.), 5 мл; дихромат натрия 22,8 г; серная кислота (конц.) 20 мл.

3. Оборудование

Перечислить оборудование и посуду, для посуды указать объем.

Например: баня водяная; весы аналитические и теххимические; воронка капельная; колба коническая (20 мл); палочка стеклянная; стакан химический (200 мл); термометр.

4. Физико-химические характеристики веществ (см. справочную литературу, в списке литературы это 4.1–4.9).

Названия веществ (исходных и продуктов)	Химическая формула	Класс неорганических веществ	Свойства веществ*						
			1	2	3	4	5	6	7

* 1. Тип химической связи, тип кристаллической решетки; 2. Агрегатное состояние; 3. Цвет, запах; 4. Растворимость (указать какая и в каких растворителях); 5. Температура кипения ($\diamond\diamond_{\text{кип}}$, °C); 6. Температура плавления ($\diamond\diamond_{\text{пл}}$, °C); 7. Плотность (ρ , г/см³).

В колонках 5–7 таблицы указываются только величины без единиц измерения.

5. Схема установки, рисунок (если есть).

6. Уравнение(я) реакции(й) (основных, побочных, суммарных).

7. Техника безопасности. Место проведения синтеза, оказание первой помощи при нарушении техники безопасности (см. справочную и дополнительную литературу: 4.1–4.9, 6.6).

Названия веществ (исходных и продуктов)	ПДК, мг/м ³	Класс опасности см. пособие Л. Н. Захарова [6.6]	Место проведения синтеза
Оказание первой помощи при нарушении Т.Б.:			

8. Теория (краткое описание типа реакции, лежащей в основе синтеза).

9. План (по пунктам) или методика (целостное описание хода работы) **синтеза.**

10. Расчеты по синтезу

- Расчет количества и концентрации исходных веществ;
- Расчет практического выхода продукта (теоретический выход 5 г);
- Термодинамические расчеты (расчет ΔG реакции).

11. Идентификация вещества

Аналитическое доказательство (проведение качественных реакций, написание уравнений протекающих реакций и указание их признаков);

Определение физико-химических констант (агрегатное состояние, цвет, запах, растворимость, температура плавления, температура кипения).

Сравнение экспериментальных данных с теоретическими, на основании чего вывод об идентичности и степени чистоты (*качественно!*) вещества.

12. Области применения синтезируемого вещества.

13. Вывод (должен соответствовать цели). Например: «Получили такое-то вещество реакцией такого-то типа, выход составил столько-то %».

Если выход низкий, то объяснить, где могли быть потери.

Если вещество не было получено по уважительной причине, то объяснить, по какой именно.

14. Примечания

Особенности проведения синтеза, уточнение или корректировка методики синтеза.

15. Оценка преподавателя (подпись, дата).

ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ СИНТЕЗА

Оборудование: баня песчаная (железный ящик с песком), бумага фильтровальная, весы электрические, воронка Бюхнера, колба Бунзена, насос водоструйный, палочка стеклянная, пробирка мерная, стакан химический термостойкий, тигель металлический или фарфоровый, чашка фарфоровая, шкаф сушильный, шпатель, щипцы тигельные, электроплитка.

ПОЛУЧЕНИЕ НЕМЕТАЛЛОВ

Кремний (Si)

Реактивы: диоксид кремния (SiO_2), порошок магния (Mg), кислота соляная (HCl) 25%-й раствор.

Методика работы

Готовят смесь порошка магния и заранее измельченного сухого диоксида кремния. Смесь помещают в металлический тигель, а тигель в песчаную баню (железный ящик с песком). В центре тигля делают углубление, в которое вставляют магниевую ленту и лучинкой поджигают ее.

После охлаждения спекшуюся смесь переносят в пробирку с раствором соляной кислоты. Собравшееся на дне пробирки вещество отделяют. Кремний очищают отмучиванием. Для этого порошок сильно взбалтывают с водой и раствор с взмученным осадком отделяют. Эту операцию повторяют несколько раз. Затем смеси дают отстояться и воду осторожно сливают.

Полученный продукт переносят в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛОВ

хром (Cr)

Реактивы: магниевая лента, оксид хрома (III) Cr_2O_3 , дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, порошок алюминия Al .

Методика работы

Готовят смесь, состоящую из 4,38 г предварительно прокаленного оксида хрома (III), 3,12 г дихромата калия, и рассчитанного количества алюминия. Смесь перемешивают в ступке, помещают в тигель, осторожно уплотняют пестиком и в центре делают углубление, в которое осторожно вставляют полоску магниевой ленты. Тигель ставят в железный ящик с песком (песчаную баню). Ленту магния поджигают с помощью лучинки. После окончания реакции дожидаются охлаждения тигля и «королек» металла отделяют от шлака с помощью металлического шпателя или скальпеля.

Уравнение реакции:



железо (Fe)

Реактивы: лента магниевая, оксид железа (III) Fe_2O_3 , порошок алюминия Al .

Методика работы

Тщательно перемешивают 7,14 г оксида железа (III) с эквивалентным количеством алюминия, смесь помещают в металлический тигель. В центре делают углубление и вставляют в него ленту магния. Тигель с содержимым помещают в песчаную баню (железный ящик с песком).

Ленту магния поджигают с помощью лучинки. После окончания реакции дожидаются охлаждения тигля и «королек» металла отделяют от шлака с помощью металлического шпателя или скальпеля.

Уравнение реакции:



медь (Cu) 1-й способ

Реактивы: цинк Zn, пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, разбавленная кислота соляная HCl, спирт этиловый $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Методика работы

Готовят насыщенный раствор пентагидрата сульфата меди (II) (медного купороса). Полученный раствор переносят в фарфоровую чашку, добавляют в него цинк и, помешивая, нагревают на электрической плитке, не доводя до кипения. Нагревание проводят до полного обесцвечивания раствора. Не прореагировавший цинк отбирают, осадок меди отфильтровывают на воронке Бюхнера, сначала промывая разбавленной соляной кислотой, затем водой, затем спиртом. Полученную медь высушивают в сушильном шкафу при температуре 40–50 °С.

Уравнение реакции:



медь (Cu) 2-й способ

Реактивы: магниевая лента, оксид меди (II) CuO, порошок алюминия Al.

Методика работы

Тщательно перемешивают оксид меди (II) с эквивалентным количеством алюминия до однородной массы. Полученную смесь помещают в металлический тигель, а его в песчаную баню (железный ящик с песком). В центре тигля делают углубление и вставляют в него магниевую ленту, которую поджигают с помощью лучинки.

После окончания реакции дожидаются охлаждения тигля и «королек» металла отделяют от шлака с помощью металлического шпателя или скальпеля.

Уравнение реакции:



КИНЕТИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНЫЕ ПРИНЦИПЫ СИНТЕЗА

Оборудование: баня песчаная, бумага фильтровальная, весы электрические, воронка Бюхнера, воронка стеклянная с впаянным фарфором фильтром, колба Бунзена, насос водоструйный, палочка стеклянная, печь муфельная, пробирка мерная, стакан химический термостойкий, стекло часовое, термометр, тигель фарфоровый, цилиндр мерный, чашка фарфоровая, шкаф сушильный, шпатель, щипцы тигельные, эксикатор, электроплитка.

ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ $\diamond$ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Оксид меди ($\diamond$) (Cu_2O)

Реактивы: пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, глюкоза $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$, гидроксид натрия NaOH .

Методика работы

В термостойкий химический стакан емкостью 250 мл вносят 19 г пентагидрата сульфата меди (II) и 110 мл воды, растворяют кристаллы в воде при умеренном нагревании.

Отдельно готовят раствор, содержащий 6,8 г глюкозы и 10 мл воды. Вносят раствор глюкозы в раствор сульфата меди (II).

Затем готовят третий раствор, содержащий 12 г гидроксида натрия и 30 мл воды. Отделяют этот раствор от механических примесей фильтрованием. Нагревают приготовленный ранее раствор сульфата меди (II) с добавкой глюкозы до 35°C и вносят в него при перемешивании раствор гидроксида натрия.

Дают отстояться реакционной смеси в течение 1 часа.

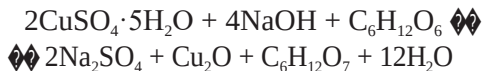
Наблюдают выделение осадка красного цвета.

После отстаивания осадка раствор над ним должен быть бес-

цветным. Осадок промывают горячей водой декантацией до отсут-

ствия в промывной жидкости сульфат-ионов (*качественная реакция на сульфат-ион*). Затем отделяют осадок от раствора вакуумным фильтрованием и высушивают на воздухе.

Уравнение реакции:



Оксид меди (↔↔) (CuO)

| **Реактивы:** тригидрат нитрата меди (II) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

Методика работы

Оксид меди (II) получают прокаливанием тригидрата нитрата меди (II) в фарфоровом тигле в муфельной печи. Для этого кристаллогидрат разогревают при температуре 120 °С, медленно повышают температуру и заканчивают процесс при температуре 800–850 °С до удаления оксида азота (IV).

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ↔ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Оксид магния (MgO)

| **Реактивы:** карбонат магния MgCO_3 .

Методика работы

Оксид магния получают прокаливанием карбонатов (основных или средних) в фарфоровом тигле и в муфельной печи. Разложение начинается при 300 °С, а заканчивается при температуре красного каления.

Разложение можно считать законченным, если при взаимодействии с соляной кислотой не выделяется оксид углерода (IV).

- ! Оксид магния белого цвета; притягивая влагу воздуха, он постепенно переходит в гидроксид. Хранить его нужно в плотно закрытой склянке или в запаянной ампуле. Оксид магния, прокаленный при 1000–1200 °С, более устойчив и в гидроксид магния переходит на воздухе медленно.

Уравнение реакции:



Оксид кальция (CaO)

- ! **Реактивы:** карбонат кальция CaCO_3 .

Методика работы

Оксид кальция получают прокаливанием карбоната кальция в фарфоровом тигле в муфельной печи при температуре 850–900 °С.

Заканчивать процесс разложения соли нужно при температуре красного каления. Процесс значительно ускоряется, если работу вести в токе водорода или азота, которые удаляют оксид углерода (IV) из реакционного пространства.

- ! Для проверки полноты разложения к продукту приливают не большое количество воды, взбалтывают и после отстаивания приливают соляную кислоту. При этом из полученного вещества не должен выделяться оксид углерода (IV).

Уравнение реакции:



Оксид стронция (SrO)

- ! **Реактивы:** карбонат стронция SrCO_3 или нитрат стронция $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ или гидроксид стронция $\text{Sr}(\text{OH})_2$.

Методика работы

Оксид стронция получают прокаливанием карбоната в фарфоровом тигле в муфельной печи. Вследствие высокой термической стойкости карбоната стронция его разложение следует вести при температуре 1200 °С.

Разложение значительно ускоряется, если через трубку пропускать ток или водорода, или азота, или кислорода. Оксид стронция получается также при прокаливании чистого (*не содержащего карбоната*) гидроксида стронция при 850 °С или нитрата стронция при 1100 °С. В последнем случае вначале соль, плавится, переходит в нитрит, который, выделяя оксиды азота, дает оксид стронция.

Уравнение реакции:



Оксид бария (BaO)

! **Реактивы:** карбонат бария BaCO₃.

Методика работы

Карбонат бария помещают в фарфоровый тигель и нагревают в муфельной печи в течение 1,5–2 часов при 1300 °С.

- ! Оксид бария можно получить прокаливанием нитрата, пероксида
- или октагидрата оксида бария при 850–900 °С в токе водорода.

Уравнение реакции:



Оксид цинка (ZnO)

! **Реактивы:** нитрат цинка Zn(NO₃), кислота соляная HCl (конц.).

Методика работы

Оксид цинка получают прокаливанием его карбоната в фарфоровом тигле в муфельной печи. Для этого карбонат цинка разогревают

при температуре 140 °С, а заканчивают процесс при температуре **красного каления**. Разложение можно считать законченным, если при реакции с соляной кислотой из полученного вещества не выделяется оксид углерода (IV).

Уравнение реакции:



Оксид кадмия (CdO) $\rightleftharpoons$

Реактивы: нитрат кадмия $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, карбонат натрия Na_2CO_3 .

Методика работы

В химических стаканах готовят 100 мл 10%-го водного раствора нитрата кадмия и 50 мл 10%-го водного раствора карбоната натрия.

Раствор нитрата кадмия осаждают раствором карбоната натрия до образования осадка карбоната кадмия. Полученный осадок отсасывают, промывают водой, высушивают в течение суток на воздухе (или в сушильном шкафу) и прокаливают при 500–600 °С до образования осадка оксида кадмия.

- !** 1. Для проверки полноты разложения к продукту приливают небольшое количество воды, взбалтывают и после отстаивания приливают хлороводородную кислоту. При этом из полученного вещества не должен выделяться оксид углерода (IV).
2. Оксид кадмия во влажном воздухе медленно переходит в карбонат, поэтому его необходимо *хранить в плотно закрытой склянке*.

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ $\diamond\diamond$ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Оксид олова ($\diamond\diamond$) (SnO) $\diamond\diamond$

Реактивы: моногидрат хлорида олова (II) $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, кислота соляная HCl (конц.), карбонат натрия Na_2CO_3 20%-й раствор, фенолфталеин.

Методика работы

В термостойкий химический стакан емкостью 250 мл вносят моногидрат хлорида олова (II) и 5–7 мл горячей соляной кислоты (конц.), добиваясь полного растворения кристаллов. К полученному раствору осторожно, небольшими порциями добавляют 20%-й раствор карбоната натрия до щелочной среды реакции по фенолфталеину. Образовавшуюся суспензию нагревают на песчаной бане в фарфоровой чашке, накрыв часовым стеклом во избежание окисления олова при 110 °С в течение 2–3 часов. Затем раствор сливают. Осадок промывают декантацией, используя горячую воду, переносят на фильтр и промывают раствором карбоната натрия, до исчезновения хлорид-иона Cl^- в промывных водах (*проба с катионами серебра Ag^+*). Отмытый осадок, окрашенный в серый цвет, высушивают в сушильном шкафу при 130 °С.

- ! При нагревании осадок гидроксида олова (II) серого цвета разлагается до оксида олова (II) черного цвета.

Уравнение реакции:



Суммарное уравнение:



Оксид олова (☞☞☞) (SnO₂☞☞)

Реактивы: олово металлическое Sn, кислота азотная HNO₃ (конц.).



Вследствие выделения оксида азота (IV) опыт проводят в вытяжном шкафу!

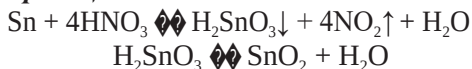
Методика работы

Металлическое олово растворяют при нагревании в избытке концентрированной азотной кислоты (*тяга!*).

Раствор разбавляют большим количеством холодной воды; выпавший при этом белый осадок гидратированного оксида олова (II) после нагревания несколько раз промывают декантацией, отфильтровывают под вакуумом и снова промывают на фильтре под вакуумом.

Затем полученный продукт высушивают, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в течение часа в муфельной печи при температуре 700–800 °С.

Уравнение реакции:



Оксид свинца (☞☞) (PbO)☞☞

Реактивы: ацетат свинца (II) (CH₃COO)₂Pb, гидроксид натрия NaOH.

- ! Оксид свинца (II) дает две модификации: желтую и красную.
- Выше 488,5 °С красная модификация переходит в желтую. При температуре ниже 488,5 °С желтая модификация метастабильна. Красную модификацию оксида свинца (II) получают при разложении гидроксида свинца (II).

Методика работы

К сухому ацетату свинца (II) добавляют 10%-й раствор гидроксида натрия до образования осадка гидроксида свинца (II), который фильтруют под вакуумом. Отфильтрованный осадок гидроксида свинца (II) нагревают в сушильном шкафу до 140–150 °С и выдерживают при этой температуре в течение 0,5–1 часа для получения красной модификации оксида свинца (II).

Уравнение реакции:



Оксид свинца (PbO₂)

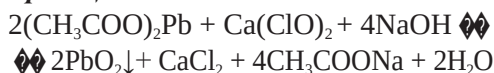
Реактивы: ацетат свинца (II) (CH₃COO)₂Pb, гидроксид натрия NaOH, известь хлорная (Ca(ClO)₂ + CaCl₂ + Ca(OH)₂ + H₂O) или гипохлорит кальция Ca(ClO)₂, кислота азотная (1:10).

Методика работы

К раствору, содержащему 10 г ацетата свинца (II) в 25 мл воды, приливают раствор 5 г гидроксида натрия в 45 мл воды. Затем добавляют профильтрованный раствор 14 г хлорной извести в 100 мл воды. Смесь нагревают при перемешивании до кипения и несколько минут кипятят.

Полученный темно-коричневый осадок оксида свинца (IV) отфильтровывают, промывают разбавленной (1:10) азотной кислотой, а затем водой и высушивают при 120–140 °С. На воздухе оксид свинца (IV) устойчив.

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ~~III~~ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Оксид хрома (~~III~~) (CrO_3)

Реактивы: дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, кислота серная (конц.), кислота азотная HNO_3 70–80%-й раствор, лед.

Методика работы

В термостойком химическом стакане готовят 10%-й раствор дихромата калия и прибавляют 25–30 мл концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают и оставляют стоять в течение 1,5–2 часов.

Выпавшие темно-красные игольчатые кристаллы отфильтровывают с помощью стеклянной воронки со впаивным фарфоровым фильтром, и для удаления серной кислоты промывают 70–80%-м раствором азотной кислоты.

Полученный осадок высушивают при 90–100 °С.

- ! Высушенный осадок оксида хрома (VI) хранят в склянке с прилифованной пробкой, так как он сильно гигроскопичен.

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ~~IV~~ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Оксид кобальта (~~IV~~) (Co_3O_4) **Реактивы:**

нитрат кобальта $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$. **Методика**

работы

Co_3O_4 получается в виде черного порошка прокаливанием нитрата кобальта в пределах температур от 300 °С до 700 °С. По-ви-

димому, оптимальная температура образования этого оксида около 600 °С. Выше этой температуры оксид начинает разлагаться с образованием оксида кобальта (II).

- ! Исходными веществами могут также служить карбонат или оксид кобальта, прокаливаемые на воздухе при 600 °С.

Уравнение реакции:



Оксид никеля (II) (NiO)

! **Реактивы:** гексагидрат нитрата никеля $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.



Вследствие выделения оксида азота (IV) опыт проводят в вытяжном шкафу!

Методика работы

Нитрат никеля (II) прокаливают при температуре 900–1000 °С в течение 2–3 часов в закрытом фарфоровом (корундовом) тигле.

- ! Нитрат никеля (II) предварительно нужно высушить и прокалить в фарфоровой чашке до удаления оксидов азота (*тяги!*). Верхний слой оксида никеля (II), если он темного цвета, отбрасывают, так как он может содержать повышенное количество кислорода.

Уравнение реакции:



ФИЗИКО – ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ОЧИСТКИ СИНТЕЗИРУЕМЫХ СОЕДИНЕНИЙ

Оборудование: баня водяная, бумага фильтровальная, весы электрические, воронка Бюхнера, воронка для горячего фильтрования, воронка стеклянная с впаянным фарфором фильтром, воронка стеклянная коническая, колба Бунзена, кристаллизатор, насос водоструйный, палочка стеклянная, пробка с большим отверстием, пробирка мерная, стакан химический термостойкий, термометр, цилиндр мерный, чашка фарфоровая, шкаф сушильный, эксикатор, электроплитка.

ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Гидроксид меди (II) ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) 1-й способ

Реактивы: пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, гидроксид натрия NaOH 2 н. раствор, глицерин $\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$.

- ! До начала опыта готовят 5%-й раствор сульфата меди (II) из пентагидрата сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (медного купороса). Раствор фильтруют, далее работают с фильтратом.

Методика работы

К 200 мл 5%-го раствора сульфата меди (II) прибавляют 0,5 мл глицерина, который препятствует обезвоживанию гидроксида меди (II).

Гидроксид меди (II) осаждают 2 н. раствором гидроксида натрия до тех пор, пока осадок не станет ярко-голубым (вначале осадок может быть серо-зеленым). Количество щелочи рассчитывают по уравнению реакции.

Осадку дают осесть, затем быстро декантацией удаляют жид-

КОСТЬ.

Полученный осадок гидроксида меди (II) заливают холодной водой, добавив немного глицерина (0,5 мл). Воду сливают с осадка и промывают его декантацией несколько раз водой с глицерином, до исчезновения сульфат-иона SO_4^{2-} в промывных водах (*проба с катионами свинца (II) Pb^{2+} , либо бария Ba^{2+}*). Затем осадок отсасывают и промывают на фильтре. Дают жидкости стечь, густую пасту переносят в фарфоровую чашку, растирают ее с небольшим количеством глицерина, переносят в склянку и в таком виде сохраняют.

Уравнение реакции:



Гидроксид меди (II) $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 2-й способ

Реактивы: гидроксид аммония $(\text{NH}_4)\text{OH}$ 10%-й раствор, гидроксид натрия NaOH 10%-й раствор, пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.



С раствором аммиака работать **под тягой!**

Методика работы

К насыщенному раствору пентагидрата сульфата меди (II) (медного купороса), нагретому до 70 °С, приливают 10%-й раствор аммиака (гидроксида аммония) до появления интенсивно-синего окрашивания.

Раствор фильтруют. К охлажденной смеси добавляют по каплям раствор 10%-й гидроксида натрия до образования осадка. Его отфильтровывают, промывают теплой водой и сушат в вакууме или в эксикаторе над серной кислотой.

Уравнение реакции:



- !** При длительном хранении на воздухе гидроксид меди (II) обогащается кислородом воздуха и увеличивает свою массу.

Хранить гидроксид меди (II) необходимо в закрытой склянке.

ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ $\diamond\diamond$ ГРУППЫ пЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Гидроксид магния (Mg(OH)_2) $\diamond\diamond\diamond$

Реактивы: гидроксид аммония (раствор аммиака) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
25%-й раствор, гексагидрат хлорида магния $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.



С раствором аммиака работать **под тягой!**

Методика работы

К профильтрованному, почти насыщенному раствору хлорида магния, приготовленного на прокипяченной дистиллированной воде, приливают в избытке 25%-й раствор аммиака, не содержащий карбоната аммония (его готовят насыщением воды газообразным аммиаком). Выпавший осадок отсасывают, промывают прокипяченной дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 60–80 °С в течение 1 часа в атмосфере, не содержащей оксида углерода (IV), т. е. накрыв фильтровальной бумагой.

- ! Гидроксид магния на воздухе постепенно переходит в карбонат.
• Хранить его нужно в закрытой склянке или в запаянной ампуле.

Максимально сократить время пребывания гидроксида магния на воздухе!

Уравнение реакции:



Гидроксид кальция (Ca(OH)_2) $\diamond\diamond\diamond$ 1-й способ

Реактивы: оксид кальция CaO .

Методика работы

Свежепрокаленный оксид кальция помещают в пробирку и приливают небольшими порциями свежепрокипяченную

дистиллированную воду. После получения белой кашицеобразной массы пробирку закрывают пробкой с большим отверстием и в горизонтальном положении помещают в сушильный шкаф, постепенно повышая его температуру с 50–60 до 120 °С. Испаряясь, вода предупреждает проникновение оксида углерода (IV) в пробирку.

Уравнение реакции:



Гидроксид кальция (Ca(OH)₂) 2-й способ

Реактивы: хлорид кальция CaCl₂ или нитрат кальция Ca(NO₃)₂ 5%-й раствор, гидроксид калия КОН или гидроксид натрия NaOH 2 н. раствор.

Методика работы

К профильтрованному и разбавленному 5%-му раствору хлорида кальция на холоде при взбалтывании приливают в избытке раствор гидроксида калия (натрия) не содержащего карбоната.

Осадок после отстаивания отсасывают на воронке Бюхнера и промывают водой не содержащей оксида углерода (IV). Воронку сверху закрывают фильтровальной бумагой и сушат в шкафу при 120 °С.

- ! Если для осаждения взять избыток гидроксида калия (натрия) и осадок хранить под раствором в течении нескольких часов, то кристаллики гидроксида кальция будут значительно крупнее.
Хранить гидроксид кальция необходимо в закрытой склянке.

Уравнение реакции:



Гидроксид стронция (Sr(OH)₂)

Реактивы: хлорид стронция SrCl₂, гидроксид калия КОН.

Методика работы

В термостойком химическом стакане готовят 25%-й раствор соли стронция, для этого вещество растворяют в свежеперегнанной и прокипяченной воде и охлаждают в кристаллизаторе со льдом до 0 °С.

К охлажденному раствору соли стронция приливают необходимое (в соответствии с реакцией) количество 5%-го раствора гидроксида калия.

Выпавший осадок гидроксида стронция быстро отсасывают на стеклянной воронке с впаянным фарфором фильтром, промывают прокипяченной холодной водой и сушат в сушильном шкафу при 80–100 °С.

- ! 1. Образовавшиеся прозрачные мелкие кристаллы гидроксида стронция быстро тускнеют на воздухе вследствие образования карбоната стронция, поэтому его нужно *хранить в плотно закрытой склянке!*
- 2. Вместо хлорида стронция можно использовать нитрат стронция.

Уравнение реакции:



Гидроксид бария ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)

Реактивы: дигидрат хлорида бария $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, гидроксид натрия NaOH .

Методика работы

Дигидрат хлорида бария растворяют в 30 мл дистиллированной воды, в раствор добавляют гидроксид натрия, количество которого рассчитывают по уравнению. Полученную смесь нагревают до кипения и отфильтровывают с помощью воронки для горячего фильтрования в фарфоровую чашку (колбу, стакан) с 5 мл воды, поставленную в лед.

При охлаждении выпадает октагидрат гидроксида бария $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Его фильтруют под вакуумом, промывают 2 раза

небольшим количеством холодной воды и высушивают между листами фильтровальной бумаги.

- ! Гидроксид бария плохо растворим в холодной воде и очень хорошо в горячей.

Хранят гидроксид бария в склянке с притертой пробкой.

Уравнение реакции:



Гидроксид цинка ($\text{Zn}(\text{OH})_2$)

| **Реактивы:** гидроксид натрия NaOH, оксид цинка ZnO.

Методика работы

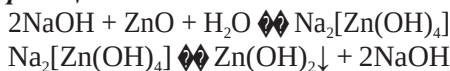
К насыщенному на холоде раствору гидроксида натрия и нагретому затем до 60 °С прибавляют в избытке при непрерывном взбалтывании оксид цинка. Раствор разбавляют водой (в 6–7 раз).

После отстаивания нерастворившегося оксида прозрачный раствор сливают на фильтр или фильтруют под вакуумом.

Через несколько дней из прозрачного раствора цинката натрия за счет его диссоциации выпадает гидроксид цинка в виде бесцветной кристаллической массы. Осадок отфильтровывают, промывают водой и сушат в эксикаторе над гидроксидом натрия или калия.

- ! Выше 39 °С вещество постепенно разлагается.
- *Хранить гидроксид цинка нужно в запаянной ампуле.*

Уравнение реакции:



Гидроксид кадмия ($\text{Cd}(\text{OH})_2$)

Реактивы: нитрат кадмия $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (1:10), гидроксид натрия NaOH 2 н. раствор.

Методика работы

Раствор нитрата кадмия (1:10) нагревают на водяной бане и осаждают небольшими порциями 2 н. раствора гидроксида натрия (количество щелочи рассчитывают по уравнению и берут избыток 20 %). Осадку дают отстояться, промывают декантацией прокипяченной водой, не содержащей CO_2 , быстро отсасывают и сушат в эксикаторе над серной кислотой.

! Гидроксид кадмия легко поглощает оксид углерода (IV) CO_2 , переходя в карбонат. Поэтому для получения чистого гидроксида все операции нужно вести в отсутствие углекислого газа, т. е. дистиллированная вода должна быть свежеперегнанная и прокипяченная. Гидроксид кадмия хранят в плотно закрытой склянке или запаянной ампуле.

Уравнение реакции:



ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Гидроксид алюминия (гидроксид) ($\text{Al}(\text{OH})_3$)

Реактивы: хлорид алюминия AlCl_3 , карбонат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 2 м. раствор, гидроксид натрия NaOH 50%-й раствор.

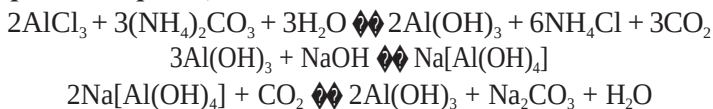
Оборудование: аппарат Кипа.

Методика работы

Растворяют 8,56 г хлорида алюминия в 20 мл воды и добавляют в 5,9 мл 2 м. раствора карбоната аммония до образования осадка.

Образующийся осадок промывают несколько раз водой и фильтруют на воронке Бюхнера. Осадок переносят в 20 мл 50%-го раствора гидроксида натрия и при 40–60 °С растворяют. Раствор фильтруют и затем пропускают углекислый газ из аппарата Киппа до выпадения осадка.

Уравнения реакций:



ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ

Гидроксид свинца (II) $\text{Pb}(\text{OH})_2$

Реактивы: нитрат свинца (II) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ или ацетат свинца (II) $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}$, гидроксид аммония (раствор аммиака) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 5%-й раствор.

Методика работы

К раствору нитрата свинца (II) (1:1) прибавляют раствора аммиака (ρ 0,91 г/см³) до появления слабого запаха. Смесь кипятят.

Если в соли свинца есть примесь соли железа, то она осаждается в виде осадка гидроксида железа (III), который отфильтровывают.

Фильтрат нагревают до 65–70 °С и добавляют к нему раствор аммиака до выпадения белоснежного осадка гидроксида свинца (II). Осадок промывают теплым 1%-м раствором аммиака, отмывая его от нитрат-иона NO_3^- (проба с дифениламино́м). Чистый осадок отсасывают и высушивают при температуре не выше 50–60 °С.

- ! 1. Чтобы избежать загрязнения продукта карбонатами все растворы готовят на свежеперегнанной прокипяченной воде.
2. Гидроксид свинца (II) на воздухе постепенно переходит в карбонат, хранить его следует в хорошо закрытой склянке или запаянной ампуле.

Уравнение реакции:



**ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ГРУППЫ
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ**

Гидроксид железа (III) (Fe(OH)₃)

Реактивы: гексагидрат хлорида железа (III) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, гидроксид аммония (раствор аммиака) $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 5%-й раствор.

Методика работы

В термостойком химическом стакане готовят 20%-й раствор гексагидрата хлорида железа (III). Полученный раствор нагревают до 70 °С и, по каплям, прибавляют раствор аммиака. Образовавшийся осадок гидроксида железа (III) быстро фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера, промывая водой, а затем высушивают на воздухе или в сушильном шкафу при температуре 110 °С.

! Вместо гексагидрата хлорида железа (III) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ можно использовать тоже количество нонагидрата нитрата железа (III) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

Уравнение реакции:



Гидроксид кобальта (II) (Co(OH)₂) (синяя модификация)

Реактивы: хлорид кобальта (II) CoCl_2 , глюкоза $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$, гидроксид натрия NaOH 5–10%-й раствор, спирт этиловый $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, ацетон CH_3COCH_3 .



Промывание осадка этиловым спиртом и ацетоном проводят в вытяжном шкафу!

Методика работы

К 100 мл раствора, содержащего 2,38 г хлорида кобальта (II) и 1 г глюкозы, прибавляют небольшими порциями разбавленный раствор гидроксида натрия. Полученный осадок в присутствии воздуха промывают сначала смесью этилового спирта и воды, затем смесью ацетона и воды, а после чистым ацетоном и сушат в вакуум-эксикаторе.

- ! 1. Синяя модификация, образуется при низкой температуре и малой щелочности маточного раствора.
- 2. Эта модификация гидроксида кобальта (II) весьма чувствительна во влажном состоянии к действию кислорода воздуха, поэтому полученный влажный осадок высушивают в вакуум-эксикаторе.

Уравнение реакции:



Гидроксид кобальта (II) ($\text{Co}(\text{OH})_2$) (розовая модификация)

Реактивы: нитрат кобальта (II) $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, гидроксид калия KOH, дифениламин $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$.



Не прикасаться руками к гидроксиду калия! Едко!

Методика работы

К раствору 4 г гидроксида калия в 50 мл воды прибавляют по каплям при сильном встряхивании 100 мл раствора, содержащего 4 г нитрата кобальта (II). Растворы охлаждают до 0 °С. После того как первоначально образующийся синий осадок изменит свой цвет на розовый, его промывают декантацией до удаления нитрат-ионов (проба с дифениламином).

Полученный осадок быстро отфильтровывают на воронке Бюхнера и высушивают в эксикаторе над хлоридом кальция или серной кислотой.

- ! 1. Растворы соли и щелочи готовят на свежeproкипяченной дистиллированной воде, не содержащей карбонаты.
- 2. Вместо нитрата кобальта (II) можно использовать сульфат кобальта (II).

Уравнение реакции:



Гидроксид никеля (II) $\text{Ni}(\text{OH})_2$

Реактивы: нитрат никеля (II) $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, гидроксид калия KOH.



Не прикасаться руками к гидроксиду калия! Едко!

Методика работы

В термостойких химических стаканах на свежeproкипяченной дистиллированной воде готовят растворы: 1) 15%-й раствор нитрата никеля (II); 2) 10%-й раствор гидроксида калия, не содержащего карбоната. К раствору соли, нагретому до 40 °С, приливают при перемешивании раствор щелочи, наблюдая за выпадением осадка гидроксида никеля (II).

Осадок отфильтровывают, многократно промывают теплой водой, еще раз отфильтровывают и высушивают в эксикаторе или в сушильном шкафу при температуре 50–60 °С (в атмосфере азота или водорода).

- ! Гидроксид никеля (II) получается в виде мелкокристаллического порошка зеленого цвета, на воздухе устойчив. Гидроксид содержит адсорбционную воду, которая удаляется при 180–200 °С.

Уравнение реакции:



СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ СИНТЕЗА НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Оборудование: баня водяная, баня песчаная, бумага фильтровальная, весы электрические, воронка Бюхнера, колба Бунзена, колба плоскодонная (широкогорлая), насос водоструйный, палочка стеклянная, пробирка мерная, стакан химический термостойкий, термометр, цилиндр мерный, чашка фарфоровая, шкаф сушильный, эксикатор, электроплитка.

Ортоборная кислота (H_3BO_3)

Реактивы: декагидрат тетрабората натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, кислота соляная HCl (1,12 г/см³).

Методика работы

20 г тетрабората натрия (буры) растворяют в 50 мл кипящей воды, прибавляют 25 мл раствора соляной кислоты (1,12 г/см³) и оставляют стоять на сутки (*можно не оставлять*).

Выпавший осадок борной кислоты декантируют, промывают небольшим количеством воды и фильтруют под вакуумом. Еще некоторое количество кристаллов можно получить из маточных растворов путем выпаривания.

Полученную кислоту высушивают между листами фильтровальной бумаги при комнатной температуре или при температуре 50–60 °С в сушильном шкафу.

Для получения более чистых кристаллов ортоборную кислоту перекристаллизуют из кипящей воды.

Уравнение реакции:



метакремниевая кислота (H_2SiO_3)

Реактивы: силикат натрия (жидкое стекло, канцелярский клей) Na_2SiO_3 , кислота соляная HCl (конц.).

Методика работы

В химическом стакане объемом 200 мл готовят 20%-й раствор силиката натрия (жидкого стекла) и фильтруют под вакуумом.

К фильтрату добавляют концентрированный раствор соляной кислоты до кислой реакции по лакмусу. Образовавшийся желатинообразный гель отфильтровывают через полотно (*марля/бинт, сложенный в 4–5 раз*), промывают 3–4 раза водой, отсасывают под вакуумом на воронке Бюхнера.

Полученную метакремниевую кислоту сушат при 50–60 °С в сушильном шкафу в течение 1 часа, пока она не станет рассыпаться, как песок.

! Если при добавлении к раствору силиката натрия концентрированной соляной кислоты не образуется желатинообразный гель, то раствор следует немного подогреть под тягой (*возможно выделение хлора*). Желеобразный гель фильтруют на воронке Бюхнера, отмывают от примесей хлора горячей водой. Полученную кислоту собирают и сушат в сушильном шкафу.

Уравнение реакции:



Кремнемолибденовая кислота ($\text{H}_4\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}$)

Реактивы: молибдат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, силикат натрия (жидкое стекло, канцелярский клей) Na_2SiO_3 , кислота соляная HCl (конц.), диэтиловый эфир $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$.



Работу с эфиром проводят под тягой!!!

Методика работы

В термостойком химическом стакане готовят 25%-й раствор молибдата аммония, для этого навеску соли растворяют в воде и нагревают до 60 °С. Затем добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты (раствор 1).

Отдельно готовят 10%-й раствор силиката натрия растворением соли в воде при комнатной температуре (раствор 2).

Полученный раствор 2, при помешивании добавляют к раствору 1, а затем по каплям приливают 4 мл концентрированной соляной кислоты.

Проводят фильтрацию полученной смеси под вакуумом.

Фильтрат охлаждают и экстрагируют эфиром (*тяга!*).

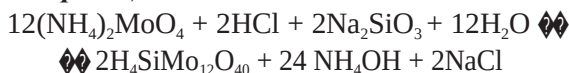
Эфирный комплекс наполовину разбавляют водой и быстро испаряют эфир нагреванием раствора на электроплитке.

Медленно начинается кристаллизация, окончательную кристаллизацию проводят при комнатной температуре.

! 1. При выполнении синтеза не допускать восстановления продукта реакции кислородом воздуха (*признаком этого является изменение цвета раствора с желтого на зеленый*). Если это произошло, компоненты смеси окисляют добавлением нескольких капель концентрированной азотной кислоты.

2. Кристаллизацию следует проводить в эксикаторе. Перед кристаллизацией необходимо частично выпарить раствор на водяной бане.

Уравнение реакции:



β-оловянная кислота ($\text{SnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Реактивы: олово гранулированное Sn, кислота азотная HNO_3 (конц.), дифениламин $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NH}$.



Вследствие выделения оксида азота (IV) опыт проводят в вытяжном шкафу!

Методика работы

Гранулированное олово постепенно растворяют в точно рассчитанном объеме концентрированной азотной кислоты (*тяга!*).

По окончании бурной реакции смесь нагревают на водяной или песчаной бане до полного растворения и удаления оксида азота (IV) (*тяга!*).

Осадок β-оловянной кислоты промывают декантацией горячей водой до отрицательной реакции на нитрат-ион NO_3^- (*проба с дифениламино*).

Затем осадок отстаивают, фильтруют и сушат при комнатной температуре.

- ! 1. До начала опыта следует измельчить гранулы олова для полноты протекания реакции растворения олова в азотной кислоте.
2. β-оловянная кислота при нагревании постепенно переходит в оксид олова (IV). На воздухе оловянные кислоты устойчивы.

Уравнение реакции:



молибденовая кислота (H_2MoO_4)

Реактивы: молибдат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ или молибдат натрия Na_2MoO_4 , кислота азотная HNO_3 (разб. 1:1).

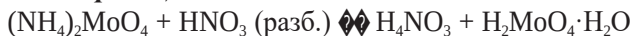
Методика работы

В 1 л 30%-го раствора азотной кислоты (300 мл конц. HNO_3 в 1 л раствора), нагретой до 60 °С, при энергичном перемешивании вливают 1 л 0,4 н. водного раствора молибдата аммония или молибдата натрия.

В прозрачный раствор вносят затравку – несколько зерен молибденовой кислоты $\text{H}_2\text{MoO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и оставляют при комнатной тем-

пературе на несколько дней. Кислоту в течение нескольких дней промывают декантацией ледяной водой, затем фильтруют и высушивают на воздухе.

Уравнение реакции:



метамарганцеватистая кислота (H_2MnO_3)

Реактивы: дифениламин (C_6H_5)₂NH, перманганат калия KMnO_4 , кислота азотная HNO_3 (конц.), спирт этиловый $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Методика работы

В термостойком химическом стакане растворяют 10 г перманганата калия в 150 мл воды и добавляют 10 мл спирта. По окончании реакции приливают 1,5 мл концентрированной азотной кислоты до образования осадка.

Раствор сливают декантацией, а осадок отмывают от нитра-ионов NO_3^- (проба с дифениламином), фильтруют под вакуумом и высушивают на воздухе.

Уравнение реакции:



бромоводородная кислота (HBr)

Реактивы: бромид калия KBr, кислота серная H_2SO_4 (конц.).

Оборудование: аллонж, вата, воронка капельная, воронка стеклянная коническая, колба Вюрца, колбонагреватель, колбоприемник, стакан химический (200 мл), трубка газоотводная, холодильник Либиха, штатив лабораторный.



Вследствие выделения оксидов азота опыт проводят в вытяжном шкафу!

Методика работы

Собирают установку, состоящую из капельной воронки и колбы Вюрца, соединенной с газоотводной трубкой, на конце которой закреплена стеклянная коническая воронка (см. рис. 3, с. 19). Установку фиксируют в лабораторном штативе.

Взвешивают 45 г бромида калия и помещают его в колбу Вюрца, добавляют 45 мл воды. Колбу закрывают капельной воронкой (*проверить установку на герметичность!*), в которую наливают 50 мл концентрированной серной кислоты.

Конец газоотводной трубки опускают в стакан со 100 мл воды так, чтобы воронка погрузилась на половину в воду. Стакан с водой сверху обкладывают ватой для придания большей герметичности.

Начинают синтез, для этого концентрированную серную кислоту из капельной воронки приливают небольшими порциями по 1–2 мл в колбу Вюрца. (*Осторожно! Реакция идет с выделением тепла.*) Температура смеси не должна превышать 75 °С для предотвращения образования свободного брома. Последующие порции кислоты приливают постепенно при встряхивании колбы.

После того, как прилили всю серную кислоту, колбу нагревают на водяной бане в течение 10 минут при температуре 85 °С, а затем охлаждают смесь до комнатной температуры и отфильтровывают от гидросульфата калия на воронке Бюхнера с плотным фильтром.

Собирают установку по простой перегонке (рис. 6). Охлажденный фильтрат приливают в колбу Вюрца, соединенную с нисходящим холодильником и отгоняют бромоводород на колбонагревателе в предварительно взвешенную колбочку, собирая фракцию, кипящую

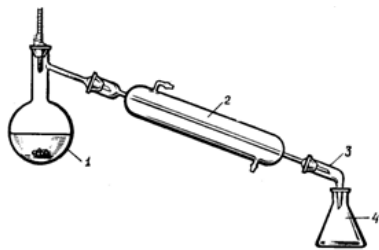


Рис. 6. Установка по простой перегонке: 1 – колба Вюрца, 2 – холодильник Либиха, 3 – аллонж, 4 – колбоприемник

при 120 °С. Перегонку прекращают, когда температура начнет падать (выход составляет примерно 85 %).

Полученная таким образом бромоводородная кислота еще со-

держит около 0,01 % серной кислоты.

Полностью очищенный от серной кислоты раствор бромоводорода более высокой концентрации получают, когда собирают фракцию, кипящую ниже температуры кипения бромоводорода на 5 °С, и подвергают ее вторичной переработке, собирая фракцию точно при температуре кипения азеотропной смеси.

Уравнение реакции:



Йодноватая кислота (HNO_3) 1-й способ

- ! Йодноватая кислота получается при окислении йода с помощью азотной кислоты или смеси азотной кислоты и перекиси водорода, хотя таким образом редко удастся синтезировать чистое вещество белого цвета (способы 1-й и 2-й). Бесцветная йодноватая кислота получается окислением йода 70%-й хлорной кислотой HClO_4 или хлорноватой кислотой HClO_3 .

Реактивы: йод кристаллический I_2 , кислота азотная HNO_3 (конц., $1,35 \text{ г/см}^3$), пероксид водорода H_2O_2 30%-й раствор ($1,45 \text{ г/см}^3$).



Вследствие выделения оксида азота (II) опыт проводят **в вытяжном шкафу!**

Промывание полученной кислоты эфиром и спиртом также проводят **в вытяжном шкафу!**

Методика работы

В широкогорлой колбе смешивают 1 вес. ч. йода и 10–12 вес. ч. HNO_3 . К смеси прибавляют 1–2 вес. ч. 30%-го раствора перекиси водорода для более быстрого окисления (*тяга!*). Смесь нагревают на электроплитке (на малом пламени) для удаления оксидов азота. Нагревание проводят при взбалтывании.

Реакция протекает медленно (окисление йода можно вести одной азотной кислотой, но реакция протекает еще медленнее).

Когда весь йод растворится, то раствор выпаривают при 110–120 °С в фарфоровой чашке досуха. Сухая смесь содержит HIO_3 и I_2O_5 . Смесь растворяют в небольшом количестве воды. Раствор упаривают на водяной бане при 50–60 °С. После охлаждения выпадает осадок HIO_3 . Кристаллы отсасывают, промывают малым количеством ледяной воды, затем спиртом и эфиром (*тяга!*) и высушивают при 30–40 °С в сушильном шкафу.

Уравнения реакций:



Йодноватая кислота (HIO_3) 2-й способ

Реактивы: йод кристаллический I_2 , кислота азотная HNO_3 (конц., 56%-й раствор, 1,35 г/см³).



Вследствие выделения оксида азота (II) опыт проводят в вытяжном шкафу!

Методика работы

1 вес. ч. дважды возогнанного йода вносят в термостойкий химический стакан, закрытый круглодонной колбой, в которой циркулирует вода (рис. 7а) или широкогорлую коническую колбу, закрытую погружным холодильником (рис. 7б). Туда же приливают 5 вес. ч. чистой дымящей азотной кислоты и нагревают смесь на электроплитке до 70–80 °С, пока раствор не приобретет светло-желтую окраску. Смесь упаривают досуха на водяной бане, несколько раз добавляя понемногу воды, и сно-

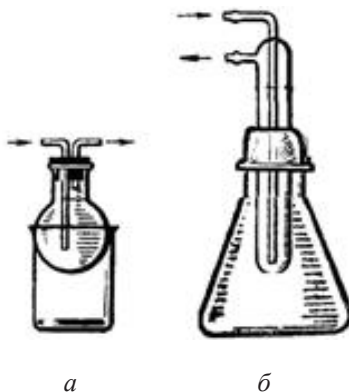


Рис. 7. Установка для получения йодноватой кислоты

ва упаривают досуха. Остаток обрабатывают концентрированной азотной кислотой на водяной бане и, прозрачный, бесцветный раствор быстро охлаждают льдом.

Выделившиеся кристаллы отфильтровывают под вакуумом и сушат несколько дней в эксикаторе над твердым гидроксидом калия или в сушильном шкафу при 60 °С. Если в раствор йодноватой кислоты в 20%-й азотной кислоте внести затравку, то при длительном выдерживании при обычной температуре или в вакуум-эксикаторе над хлоридом кальция выделяются большие кристаллы. Эти кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают минимальным количеством воды.

Уравнение реакции:



- ! 1. Йодноватая кислота очень легко обезвоживается и негигроскопична. 2. Из-за светочувствительности продукта при получении полностью бесцветного вещества целесообразно вести синтез кислоты в затемненной посуде.

СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Учебники и учебные пособия

1. *Ахметов, Н. С.* Общая и неорганическая химия : учеб. для вузов / Н. С. Ахметов. – М. : Высш. шк., 2009. – 681 с.
2. *Карапетьянц, М. Х.* Общая и неорганическая химия : учеб. для вузов / М. Х. Карапетьянц, С. И. Дракин. – 3-е изд., стер. – М. : Химия, 1994. – 588 с.
3. *Ключников, Н. Г.* Неорганический синтез : учеб. пособие / Н. Г. Ключников. – 2-е изд., перераб. – М. : Просвещение, 1988. – 240 с.
4. *Павлов, Н. Н.* Общая и неорганическая химия : учеб. для вузов / Н. Н. Павлов. – М. : Дрофа, 2002. – 447 с.
5. *Якимов, М. А.* Основы неорганического синтеза : учеб. пособие / М. А. Якимов. – Л. : ЛГУ, 1978. – 136 с.

2. Практикумы и методики экспериментальных работ

1. *Ключников, Н. Г.* Практикум по неорганическому синтезу / Н. Г. Ключников. – М. : Просвещение, 1979. – 265 с.
2. *Леснова, Е. В.* Практикум по неорганическому синтезу / учеб. пособие для хим. технол. техникумов / Е. В. Леснова, О. А. Вишнякова. – 3-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк., 1986. – 192 с., ил.
3. Практикум по неорганической химии: учеб. пособие / Л. В. Бабиц, С. А. Балезин, Ф. Б. Гликина [и др.]. – 4-е изд., перераб. – М. : Просвещение, 1991. – 320 с.
4. Руководство по неорганическому синтезу: в 6 т. : пер. с нем. / под ред. Г. Брауэра. – М. : Мир, 1986., ил.
5. Руководство по неорганическому синтезу: учеб. для студентов вузов / И. Г. Горичев, Б. Е. Зайцев, Н. А. Киприянов [и др.]. – М. : Химия, 1997. – 320 с. : ил.

3. Электронные образовательные ресурсы

1. АЛХИМИК: [сайт Л. Ю. Аликберовой]. – URL: <http://www.alhimik.ru> (дата обращения: 12.02.2019).
2. Виртуальная химическая библиотека. Ссылки на химические ресурсы Сети. – URL: <http://www.chem.ucla.edu/chempointers.html> (дата обращения: 12.02.2019).

3. Галерея химического искусства. Эффектное собрание визуализированных изображений и анимации в химии. – URL: <http://www.csc.fi/lul/chem/graphics.html> (дата обращения: 12.02.2019).

4. Занимательная химия: все о металлах. – URL: <http://all-metals.narod.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

5. Коллекция «Естественнонаучные эксперименты»: химия. – URL: <http://experiment.edu.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

6. Мир химии. – URL: <http://chem.km.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

7. Основы химии : [образовательный сайт для школьников и студентов]. – URL: <http://www.hemi.nsu.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

8. Химические журналы. – URL: <http://www.becacy.pair.com/journals.html> (дата обращения: 12.02.2019).

9. Химия для всех: иллюстрированные материалы по общей, органической и неорганической химии. – URL: <http://school-secor.relar.ru/nsm> (дата обращения: 12.02.2019).

10. Электронная библиотека по химии и технике. – URL: <http://rushim.ru/books/books.htm> (дата обращения: 12.02.2019).

11. Электронный справочник по химии. – URL: <http://acad.chemne.edu/chemne/chem.html> (дата обращения: 12.02.2019).

12. ChemNe: портал фундаментального химического образования. – URL: <http://www.chemne.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

13. WebElements: онлайн-справочник химических элементов. – URL: <http://webelements.narod.ru> (дата обращения: 12.02.2019).

4. Справочники, энциклопедии

1. *Артеменко, А. И.* Справочное руководство по химии / А. И. Артеменко, В. А. Малеванный, И. В. Тикунова. – М. : Высш. шк., 2001. – 366 с.

2. *Карякин, Ю. В.* Чистые химические вещества / Ю. В. Карякин, И. И. Ангелов. – 4-е изд. – М. : Химия, 1974. – 408 с.

3. Краткий справочник физико-химических величин / под ред. А. А. Равделя и А. М. Пономаревой. – Л. : Химия, 1983. – 231 с.

4. *Лурье, Ю. Ю.* Справочник по аналитической химии / Ю. Ю. Лурье. – М. : Химия, 1979. – 456 с.

5. *Оганесян, Э. Т.* Важнейшие понятия и термины в химии : крат. справ. / Э. Т. . Оганесян – М. : Высш. шк., 1993. – 350 с.
6. *Рабинович, В. А.* Краткий химический справочник / В. А. Рабинович, З. Я. Хавин. – Л. : Химия, 1977. – 376 с.
7. Справочник химика : в 7 т. / под ред. Б. П. Никольского. – М. ; Л. : Химия, 1964–1968. – Т. 1–6.
8. Химическая энциклопедия : в 5 т. / гл. ред. И. Л. Кнунянц. – М. : Совет. энцикл., 1988–1998.
9. Химия. Большой энциклопедический словарь / гл. ред. И. Л. Кнунянц. – М. : Науч. изд-во Большая Рос. энцикл., 1998. – 792 с.

5. Сборники задач

1. *Беляева, И. И.* Задачи и упражнения по общей и неорганической химии : учеб. пособие для студентов пед. ин-тов / И. И. Беляева, Е. И. Сутягин, В. Л. Шелепина. – М. : Просвещение, 1989. – 191 с.
2. *Глинка, Н. Л.* Задачи и упражнения по общей химии : учеб. пособие для вузов / Н. Л. Глинка. – Л., 1988. – 272 с.
3. *Зайцев, О. С.* Познавательные задачи по общей химии / О. С. Зайцев ; под ред. Е. М. Соколовской. – М. : Изд-во МГУ, 1982. – 183 с.
4. *Романцева, Л. М.* Сборник задач и упражнений по общей химии : учеб. пособие для нехим. спец. вузов / Л. М. Романцева, З. Л. Лещинская, В. А. Суханова. – М. : Высш. шк., 1991. – 188 с.
5. *Свиридов, В. В.* Задачи, вопросы и упражнения по общей и неорганической химии : учеб. пособие / В. В. Свиридов, Г. А. Попкович, Г. И. Васильева. – Минск, 1982. – 352 с.

6. Дополнительная литература

1. *Браун, Т.* Химия – в центре наук : в 2 ч. / Т. Браун, Г. Ю. Лемей. – М. : Мир, 1983.
2. *Воскресенский, П. И.* Начала техники лабораторных работ / П. И. Воскресенский. – 2-е изд., испр. – М. : Химия, 1971. – 222 с.
3. *Гликина, Ф. Б.* Химия комплексных соединений : учеб. пособие для хим. фак. пед. ин-тов / Ф. Б. Гликина, Н. Г. Ключников. – М. : Просвещение, 1972. – 188 с.

4. *Дикерсон, Р.* Основные законы химии : в 2 т. / пер. с англ. / Р. Дикерсон, Г. Грей, Д. Хейт. – М. : Химия, 1982. – Т. 1. – 652 с.; Т. 2. – 629 с.

5. *Зайцев, О. С.* Общая химия. Состояние веществ и химические реакции / О. С. Зайцев. – М. : Химия, 1990. – 351 с.

6. *Захаров, Л. Н.* Техника безопасности в химических лабораториях / Л. Н. Захаров. – Л. : Химия, 1985. – 182 с.

7. *Карапетьянц, М. Х.* Строение вещества : учеб. пособие для вузов / М. Х. Карапетьянц, С. И. Дракин. – М. : Высш. шк., 1978. – 304 с.

8. *Карапетьянц, М. Х.* Введение в теорию химических процессов / М. Х. Карапетьянц. – М. : Высш. шк., 1981. – 333 с.

9. *Коттон, Ф.* Основы неорганической химии / Ф. Коттон, Дж. Уилкинсон. – М. : Мир, 1979. – 680 с.

10. *Кудрявцев, А. А.* Составление химических уравнений / А. А. Кудрявцев. – М. : Высш. шк., 1979. – 293 с.

11. *Кукушкин, Ю. Н.* Химия координационных соединений : учеб. пособие для студентов хим. и хим.-техн. спец. вузов / Ю. Н. Кукушкин. – М. : Высш. шк., 1985. – 457 с.

12. *Некрасов, Б. В.* Основы общей химии : в 2 т. / Б. В. Некрасов. – М. : Химия, 1973. – Т. 1. – 656.; Т. 2. – 688 с.

13. *Угай, Я. А.* Общая и неорганическая химия : учеб. / Я. А. Угай. – М. : Высш. шк., 1997. – 527 с.

14. *Хьюи, Д.* Неорганическая химия. Строение вещества и реакционная способность / Д. Хьюи. – М. : Химия, 1987. – 696 с.

15. *Слейбо, У.* Общая химия / У. Слейбо, Т. Парсонс. – М. : Мир, 1979. – 550 с.

пРИЛОЖЕНИЯ

пРИЛОЖЕНИЕ 1

Качественные реакции катионов

Ион	Реактив	Уравнение реакции	Признак реакции
Первая аналитическая группа катионов: Na^+, K^+, NH_4^+			
Групповой реактив: отсутствует			
K^+	Гидроксонитрокобальтат (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	$2\text{K}^+ + \text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \rightleftharpoons \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \downarrow + 2\text{Na}^+$	Ярко-желтый осадок
Na^+	Дигидроантимонат калия KH_2SbO_4	$\text{Na}^+ + \text{KH}_2\text{SbO}_4 \rightleftharpoons \text{NaH}_2\text{SbO}_4 \downarrow + \text{K}^+$	Белый кристаллический осадок
NH_4^+	OH^-	$\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{NH}_3 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$	Запах аммиака, изменение цвета индикаторной бумаги в парах
Вторая аналитическая группа катионов: Ag^+, Hg_2^{2+}, Pb^{2+}			
Групповой реактив: HCl (2 н. р-р)			
Ag^+	Cl^-	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow$	Белый осадок
Hg_2^{2+}	OH^-	$\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Hg}_2\text{O} \downarrow$	Черный осадок
Pb^{2+}	KI	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{KI} \rightleftharpoons \text{PbI}_2 \downarrow + 2\text{K}^+$	Желтый осадок
Третья аналитическая группа катионов: Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}			
Групповой реактив: H_2SO_4 (2 н. р-р)			
Ca^{2+}	CO_3^{2-}	$\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{CaCO}_3 \downarrow$	Белый осадок
Sr^{2+}	SO_4^{2-}	$\text{Sr}^{2+} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{SrSO}_4 \downarrow + 2\text{H}^+$	Белый кристаллический осадок

Ион	Реактив	Уравнение реакции	Признак реакции
Ba ²⁺	CrO ₄ ²⁻	Ba ²⁺ + K ₂ CrO ₄ ⇌ BaCrO ₄ ↓ + 2K ⁺	Желтый кристаллический осадок
Четвертая аналитическая группы катионов: Zn²⁺, Al³⁺, Sn²⁺, Sn⁴⁺, Cr³⁺			
<i>Групповой реактив:</i> избыток конц. NaOH (6 М р-р) + 3% р-р H ₂ O ₂			
Zn ²⁺	OH ⁻	Zn ²⁺ + OH ⁻ ⇌ Zn(OH) ₂ ↓	Белый осадок, растворим в избытке щелочи
	S ²⁻	Zn ²⁺ + S ²⁻ ⇌ ZnS↓	Белый осадок
Al ³⁺	OH ⁻	Al ³⁺ + OH ⁻ ⇌ Al(OH) ₃ ↓	Белый осадок, растворим в избытке щелочи
Sn ²⁺	OH ⁻	Sn ²⁺ + 2OH ⁻ ↔ Sn(OH) ₂	Белый осадок, растворим в кислотах
Sn ⁴⁺	OH ⁻ медленно по каплям	Sn ⁴⁺ + 4OH ⁻ ↔ Sn(OH) ₄ Sn(OH) ₄ + 2OH ⁻ ↔ [Sn(OH) ₆] ²⁻	Сначала образуется белый осадок, потом растворяется
Cr ³⁺	OH ⁻	Cr ³⁺ + 3OH ⁻ ↔ Cr(OH) ₃	Серо-зеленый осадок
Пятая аналитическая группа катионов: Fe²⁺, Fe³⁺, Bi³⁺, Mn²⁺, Mg²⁺			
<i>Групповой реактив:</i> NH ₃ ·H ₂ O (2 н. р-р), избыток			
Fe ²⁺	Гексацианоферрат (III) калия K ₃ [Fe(CN) ₆]	Fe ²⁺ + K ₃ [Fe(CN) ₆] ⇌ Fe[Fe(CN) ₆] ₂ ↓ + K ⁺	Синий осадок «турнбулевой сини»
	OH ⁻	Fe ²⁺ + 2OH ⁻ ⇌ Fe(OH) ₂ ↓	Белый хлопьевидный осадок, зеленеет на воздухе
Fe ³⁺	Гексацианоферрат (II) калия K ₄ [Fe(CN) ₆]	4Fe ³⁺ + 3K ₄ [Fe(CN) ₆] ⇌ Fe ₄ [Fe(CN) ₆] ₃ ↓ + 12K ⁺	Темно-синий осадок «берлинской лазури»
	OH ⁻	Fe ³⁺ + 3OH ⁻ ⇌ Fe(OH) ₃ ↓	Бурый осадок
Bi ³⁺	Гексацианоферрат (III) калия K ₃ [Fe(CN) ₆]	Bi ³⁺ + K ₃ [Fe(CN) ₆] ⇌ Bi[Fe(CN) ₆] ₃ ↓ + K ⁺	Желто-бурый осадок

Mn ²⁺	Окисление оксидом свинца (IV) PbO ₂ в присутствии азотной кислоты, при нагревании	$2\text{Mn}^{2+} + 5\text{PbO}_2 + 6\text{HNO}_3 \rightleftharpoons 2\text{HMnO}_4 + 5\text{Pb}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	Малиново-красный раствор
Mg ²⁺	Гидрофосфат натрия Na ₂ HPO ₄	$\text{Mg}^{2+} + \text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_4\text{OH} \rightleftharpoons \text{MgNH}_4\text{PO}_4\downarrow + 2\text{Na}^+ + \text{H}_2\text{O}$	Белый кристаллический осадок
	Магнезон I (NO ₂)(C ₆ H ₄) ₂ N ₂ OH		Синий осадок
Шестая аналитическая группа катионов: Co²⁺, Ni²⁺, Cu²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺			
<i>Групповой реактив:</i> NH ₃ ·H ₂ O (2 н. р-р), избыток			
Co ²⁺	Роданид аммония NH ₄ SCN или калия KSCN	$\text{Co}^{2+} + \text{NH}_4\text{SCN} \rightleftharpoons [\text{Co}(\text{SCN})_4](\text{NH}_4)_2$	Синий раствор
Ni ²⁺	Диметилглиоксим C ₄ H ₈ N ₂ O ₂ (реактив Чугаева)	$\text{Ni}^{2+} + 2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 + 2\text{NH}_4\text{OH} \rightleftharpoons \text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2 + 2\text{NH}_4^+ + 2\text{H}_2\text{O}$	Розово-красный осадок
Cu ²⁺	OH ⁻	$\text{Cu}^{2+} + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow$	Голубой осадок
	S ²⁻	$\text{Cu}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightleftharpoons \text{CuS}\downarrow$	Черный осадок
Cd ²⁺	OH ⁻	$\text{Cd}^{2+} + \text{NaOH} \rightleftharpoons \text{Cd}(\text{OH})_2\downarrow + \text{Na}^+$	Белый осадок Cd(OH) ₂ , растворим в кислотах
Hg ²⁺	NaOH или KOH	$\text{Hg}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Hg}(\text{OH})_2\downarrow$ $\text{Hg}(\text{OH})_2\downarrow \rightleftharpoons \text{HgO} + \text{H}_2\text{O}$	Желтый осадок HgO

пРИЛОЖЕНИЕ 2

Качественные реакции анионов

Ион	Реактив	Уравнение реакции	Признак реакции
Первая аналитическая группа анионов: SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CO_3^{2-} , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, PO_4^{3-} , BO_2^- , AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , F^-			
Групповой реактив: BaCl_2 (0,5 н р-р) в нейтральной или слабощелочной среде			
SO_4^{2-}	Ba^{2+}	$\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4 \downarrow$	Белый кристаллический осадок, не растворим в минеральных кислотах
SO_3^{2-}	Ba^{2+}	$\text{SO}_3^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightleftharpoons \text{BaSO}_3 \downarrow$	Белый кристаллический осадок, растворим в разб. HCl и HNO_3 с выделением газа SO_2
	KMnO_4 в кислой среде	$5\text{SO}_3^{2-} + 2\text{KMnO}_4 + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons 2\text{MnSO}_4 + 5\text{SO}_4^{2-} + \text{K}_2\text{SO}_4 + 3\text{H}_2\text{O}$	Розовый раствор обесцвечивается
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Ba^{2+}	$\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightleftharpoons \text{BaS}_2\text{O}_3 \downarrow$ $\text{BaS}_2\text{O}_3 + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Ba}^{2+} + \text{S} \downarrow + \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$	Белый мелкокристаллический осадок, растворим в кислотах с разложением до элементарной серы и оксида серы (IV)
	Йодная вода	$2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$	Нейтральные или слабо щелочные растворы йода обесцвечиваются
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	Ba^{2+}	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightleftharpoons \text{BaC}_2\text{O}_4 \downarrow$	Белый осадок, растворим в минеральных кислотах, а при кипячении – и в уксусной кислоте
	Ca^{2+}	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-} + \text{Ca}^{2+} \rightleftharpoons \text{CaC}_2\text{O}_4 \downarrow$	Белый осадок, растворим в минеральных кислотах, но не растворим в уксусной кислоте
CO_3^{2-}	H^+	$\text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$	Газ CO_2

	Ca^{2+}	$\text{CO}_3^{2-} + \text{Ca}^{2+} \rightleftharpoons \text{CaCO}_3 \downarrow$	Белый осадок, растворим в кислотах
$\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$	Ba^{2+}	$\text{B}_4\text{O}_7^{2-} + \text{Ba}^{2+} + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Ba}(\text{BO}_2)_2 + 2\text{H}_3\text{BO}_3$	Белый кристаллический осадок, растворим в азотной и уксусной кислотах
PO_4^{3-}	Ag^+ в нейтральной среде	$\text{PO}_4^{3-} + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{Ag}_3\text{PO}_4 \downarrow$	Светло-желтый осадок
F^-	Ca^{2+}	$\text{F}^- + \text{Ca}^{2+} \rightleftharpoons \text{CaF}_2 \downarrow$	Белый осадок
Вторая аналитическая группа анионов: Cl^-, Br^-, I^-, BrO_3^{3-}, CN^-, SCN^-, S^{2-}			
<i>Групповой реактив:</i> раствор AgNO_3 в 2М HNO_3			
Cl^-	Ag^+	$\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow$	Белый осадок, нерастворим в HNO_3 , растворим в $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Br^-	Ag^+	$\text{Br}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgBr} \downarrow$	Светло-желтый осадок, нерастворим в HNO_3 , темнеет на свету
I^-	Ag^+	$\text{I}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgI} \downarrow$	Желтый осадок, нерастворим в HNO_3 и $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ конц., темнеет на свету
BrO_3^{3-}	Ag^+	$\text{BrO}_3^{3-} + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{Ag}_3\text{BrO}_3 \downarrow$	Бледно-желтый осадок
CN^-	Ag^+	$\text{CN}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgCN} \downarrow$ $2\text{CN}^- + 2\text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$	Белый осадок, не растворим в разбавленных кислотах, но растворим в растворах $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
	Fe^{2+} в щелочной среде	$6\text{CN}^- + \text{Fe}^{2+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$	Темно-синий осадок
SCN^-	Ag^+	$\text{SCN}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgSCN} \downarrow$	Белый творожистый осадок, не растворим в минеральных кислотах и в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, растворим в $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, в растворах $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, KCN
	Fe^{3+} в кислой среде	$\text{SCN}^- + \text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{FeSCN}$	Красный раствор

Ион	Реактив	Уравнение реакции	Признак реакции
S^{2-}	Ag^+	$S^{2-} + 2Ag^+ \rightleftharpoons Ag_2S \downarrow$	Черный осадок
третья аналитическая группа анионов. NO_2^-, NO_3^-, CH_3COO^-			
Групповой реактив: отсутствует			
NO_2^-	С дифениламином $NH(C_6H_5)_2$ в среде конц H_2SO_4 (мешают ионы NO_3^-)		Ярко-синий раствор, через некоторое время становится бурым и, затем желтым
NO_3^-	С дифениламином $NH(C_6H_5)_2$ в среде конц. H_2SO_4 (мешают ионы NO_2^-)		Ярко-синий раствор, через некоторое время становится бурым и, затем желтым
	Cu	$4HNO_3 + Cu \rightleftharpoons Cu(NO_3)_2 + 2NO_2 \uparrow + 2H_2O$	Желто-бурые пары
CH_3COO^-	Fe^{3+}	$3CH_3COOH + Fe^{3+} \rightleftharpoons (CH_3COO)_3Fe + 3H^+$	Раствор темно-красный (цвета крепкого чая). В водном растворе частично гидролизуется; минеральные кислоты подавляют гидролиз, что приводит к исчезновению красной окраски раствора

пРИЛОЖЕНИЕ 3

Окрашивание пламени ионами металлов

<i>Элемент</i>	<i>Цвет пламени</i>	<i>Элемент</i>	<i>Цвет пламени</i>
Литий	Карминово-красный	Индий	Сине-фиолетовый
Натрий	Желтый	Таллий	Изумрудно-зеленый
Калий	Фиолетовый	Свинец	Бледно-синий
Рубидий	Розово-фиолетовый	Мышьяк	Бледно-синий
Цезий	Розово-фиолетовый	Сурьма	Бледно-синий
Кальций	Кирпично-красный	Селен	Бледно-синий
Стронций	Карминово-красный	Теллур	Изумрудно-зеленый
Барий	Желто-зеленый	Медь	Зеленый, голубой
Бор	Зеленый	Молибден	Желто-зеленый

пРИЛОЖЕНИЕ 4

Основные способы выражения состава раствора

Правило креста

Для количественного выражения состава растворов в химии чаще всего применяют следующие физические величины: массовую долю (ω), молярную концентрацию (C_m), нормальную концентрацию (C_n). Концентрация в химии – это отношение количества вещества к объему системы (смеси, раствора, сплава). «Доля» означает отношение числа частей компонента к общему числу частей объекта.

1. Массовая доля вещества (ω) – отношение (обычно в процентах) массы растворенного вещества ($m_{p.v.}$) к общей массе раствора ($m_{p-ра}$). Массовую долю, выраженную в процентах, называют процентной концентрацией.

$$\omega_{p.v.}(\%) \diamond\diamond (m_{p.v.} / m_{p-ра}) \cdot 100 \%$$

Масса раствора ($m_{p-ра}$) складывается из массы растворенного вещества ($m_{p.v.}$) и массы растворителя ($m_{p-ля}$):

$$m_{p-ра} \diamond\diamond m_{p.v.} + m_{p-ля}$$

Массу раствора можно найти по формуле:

$$m_{p-ра} \diamond\diamond V_{p-ра} \cdot \rho_{p-ра},$$

где $V_{p-ра}$ – объем раствора, $\rho_{p-ра}$ – плотность раствора.

2. Молярная концентрация (C_m) – отношение числа молей растворенного вещества ($n_{p.v.}$) к объему раствора $V_{p-ра}$.

$$C_m \diamond\diamond n_{p.v.} / V_{p-ра}$$

Молярную концентрацию выражают в моль/л или сокращенно М.

Например, $C_m H_2SO_4 \diamond\diamond 0,1$ моль/л или $C_m H_2SO_4 \diamond\diamond 0,1$ М.

Если подставить формулу для количества вещества ($n_{\text{р.в.}} \diamond \diamond m_{\text{р.в.}} / M_{\text{р.в.}}$), то

$$C_M \diamond \diamond m_{\text{р.в.}} / M_{\text{р.в.}} \cdot V_{\text{р-ра}},$$

где $M_{\text{р.в.}}$ – молярная масса растворенного вещества.

3. Эквивалентная или нормальная концентрация (C_N) – отношение числа молей химических эквивалентов растворенного вещества к объему раствора.

$$C_N \diamond \diamond m_{\text{р.в.}} / m_3 \cdot V_{\text{р-ра}},$$

где m_3 – эквивалентная масса вещества.

Нормальную концентрацию выражают в моль/л или сокращенно н.

Например, 0,1 н. раствор.

Эквивалентная масса – это масса одного эквивалента вещества (Э).

$$m_3 \diamond \diamond M_{\text{в}} \cdot \text{Э}, \text{ г/моль}$$

Тогда $C_N \diamond \diamond m_{\text{в-ва}} / M_{\text{в}} \cdot \text{Э} \cdot V_{\text{р-ра}}$ или $C_N \diamond \diamond n_{\text{в}} / \text{Э} \cdot V_{\text{р-ра}}$

Эквивалентом элемента называется такое его количество, которое может при химических реакциях присоединять или вытеснять 1 моль атомов водорода или $1/2$ моль атомов кислорода.

Эквивалентом сложного вещества называется такое его количество, которое взаимодействует с одним эквивалентом любого другого вещества.

Эквивалент кислоты равен 1/основность кислоты.

Например, Э $\text{H}_3\text{PO}_4 \diamond \diamond 1/3$.

Эквивалент основания равен 1/кислотность.

Например, Э $\text{Fe}(\text{OH})_2 \diamond \diamond 1/2$.

Эквивалент соли равен 1/валентность атомов металла х число атомов металла. Например, Э $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \diamond \diamond 1/3 \cdot 2 \diamond \diamond 1/6$.

Закон эквивалентов – с одним эквивалентом одного элемента соединяется один эквивалент другого элемента.

Следствие из закона эквивалентов: $C_{N1} \cdot V_1 \diamond \diamond C_{N2} \cdot V_2$

Данным следствием можно пользоваться при разбавлении раствора и для установления концентрации одного из реагирующих веществ (см. титрование).

Правило смешения (креста)

Рассмотрим правило на примере решения конкретной задачи.

Задача. Из 40%-го раствора и 10%-го приготовить 30%-й раствор массой 300 г.

Массовые доли исходных растворов записывают в первом столбце 40 и 10, во втором столбце записывают заданную массовую долю (30 %). Разность между исходными массовыми долями и заданной записывают в третьем столбце по диагонали (см. стрелки на схеме). Полученные величины 20 и 10 или 2 и 1 указывают, в каком соотношении по массе должны быть смешаны растворы:

$$\begin{array}{ccc|l}
 40 & \nearrow & 20 & 2 \text{ части } 40\text{-го раствора} \\
 & 30 & & \\
 10 & \searrow & 10 & 1 \text{ часть } 10\text{-го раствора}
 \end{array}$$

Следовательно, всего три части, на которые приходится 300 г заданного раствора. Масса одной части $300/3 \approx 100$ (г).

Тогда требуемая масса 40%-го раствора $m_{40\%} \approx 100 \cdot 2 \approx 200$ (г), а $m_{10\%} \approx 100 \cdot 1 \approx 100$ (г).

Переход от одних способов выражения состава раствора к другим

Очень часто при решении задач или выполнении лабораторных работ необходимо перейти от одних способов выражения состава раствора к другим. Для этого можно воспользоваться ниже приведенной таблицей.

Формулы для пересчета

(все обозначения соответствуют тем, которые представлены в приложении 4)

Способ выражения состава раствора	Массовая доля (ω , %)	Молярная концентрация (C_m , моль/л)	Нормальная концентрация (C_n , моль/л)	Моляльность ($C_{м\lambda}$, моль/кг)
ω , %	—	$C_m \cdot M_b$ $10 \cdot \rho$	$C_n \cdot m_3$ 10ρ	$100C_{м\lambda} \cdot M_b$ $1000 + C_{м\lambda} \cdot M_b$
C_m , моль/л	$10\omega \cdot \rho$ M_b	—	$C_n \cdot m_3$ M_b	$1000C_{м\lambda} \cdot \rho$ $1000 + C_{м\lambda} \cdot M_b$
C_n , моль/л	$10\omega \cdot \rho$ m_3	$C_m \cdot M_b$ m_3 или $C_m/\mathcal{E}$	—	$1000\rho \cdot C_{м\lambda} \cdot M_b$ $(1000 + C_{м\lambda} \cdot M_b) \cdot m_{3м}$
$C_{м\lambda}$, моль/кг	1000ω $(100 - \omega) \cdot M_b$	$1000 C_m$ $(1000\rho - C_m) \cdot M_b$	$1000C_n \cdot m_3$ $(1000\rho - C_n \cdot m_3) M_b$	—

Обозначения: ρ – плотность раствора, г/мл; M_b – молярная масса растворенного вещества, г/моль; m_3 – эквивалентная масса вещества, г/моль.

пРИЛОЖЕНИЕ 5

Расчет количества и концентрации исходных веществ

Задача 1. Какую массу фосфора надо сжечь для получения оксида фосфора (V) массой 7,1 г?

Решение.

1. Записываем уравнение реакции горения фосфора и расставляем стехиометрические коэффициенты.



2. Определяем количество вещества P_2O_5 , получившегося в реакции.

$$n(\text{P}_2\text{O}_5) = m(\text{P}_2\text{O}_5) / M(\text{P}_2\text{O}_5) = 7,1 \div 142 = 0,05 \text{ (моль)}.$$

3. Из уравнения реакции следует, что $n(\text{P}_2\text{O}_5) = 0,5 \cdot n(\text{P})$, следовательно, количество вещества фосфора, необходимого в реакции равно:

$$n(\text{P}_2\text{O}_5) = 0,5 \cdot n(\text{P}) \Rightarrow n(\text{P}) = 0,05 \cdot 2 = 0,1 \text{ (моль)}.$$

4. Отсюда находим массу фосфора:

$$m(\text{P}) = n(\text{P}) \cdot M(\text{P}) = 0,1 \cdot 31 = 3,1 \text{ г}.$$

Ответ: $m(\text{P}) = 3,1 \text{ г}$.

Задача 2. Какая масса гидроксида натрия потребуется для приготовления 2 л 0,1 М раствора NaOH.

Решение.

Рассчитаем массу гидроксида натрия по формуле:

$$C = m / M \cdot V, m = C \cdot M \cdot V$$

$$m = 0,1 \cdot 40 \cdot 2 = 8 \text{ (г)}.$$

Ответ: $m(\text{NaOH}) = 8 \text{ г}$.

Задача 3. Какие массы нитрата калия и воды необходимо взять для приготовления 2 кг раствора с массовой долей нитрата калия равной 0,05?

Решение.

1. Определим массу нитрата калия, исходя из исходной формулы:

$$w(\text{KNO}_3) \Leftrightarrow m(\text{KNO}_3) / m(\text{р-ра}); m(\text{KNO}_3) \Leftrightarrow w(\text{KNO}_3) \cdot m(\text{р-ра}); \\ m(\text{KNO}_3) \Leftrightarrow 0,05 \cdot 2000 \Leftrightarrow 100 \text{ (г)}.$$

2. Находим массу воды:

$$m(\text{р-ра}) \Leftrightarrow m(\text{KNO}_3) + m(\text{H}_2\text{O}); \\ m(\text{H}_2\text{O}) \Leftrightarrow m(\text{р-ра}) - m(\text{KNO}_3); \\ m(\text{H}_2\text{O}) \Leftrightarrow 2000 - 100 \Leftrightarrow 1900 \text{ (г)}.$$

Ответ: $m(\text{KNO}_3) \Leftrightarrow 100 \text{ г}; m(\text{H}_2\text{O}) \Leftrightarrow 1900 \text{ г}.$

Задача 4. Найти объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/л, необходимый для нейтрализации 50 мл раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 0,2 моль/л.

Решение.

1. Записываем уравнение нейтрализации гидроксида натрия раствором соляной кислоты:



2. Находим количество вещества натрия:

$$n(\text{NaOH}) \Leftrightarrow 0,05 \cdot 0,2 \Leftrightarrow 0,01 \text{ (моль)}.$$

3. По уравнению реакции:

$$n(\text{HCl}) \Leftrightarrow n(\text{NaOH}) \Leftrightarrow 0,01 \text{ моль}.$$

4. Находим объем соляной кислоты:

$$V(\text{HCl}) \Leftrightarrow 0,01 \div 0,5 \Leftrightarrow 0,02 \text{ (л)} \text{ или } 20 \text{ (мл)}.$$

Ответ: $V(\text{HCl}) \Leftrightarrow 20 \text{ мл}.$

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

Расчет практического выхода продукта

Выход продукта реакции (η) – это отношение практически полученного количества вещества (массы, объема) продукта к количеству вещества (массе, объему) этого же продукта, теоретически рассчитанному по уравнению реакции, исходя из предположения о полном превращении исходного вещества в продукт:

$$\eta = \frac{n_{np}}{n} \cdot 100\%; \quad \eta = \frac{m_{np}}{m} \cdot 100\%; \quad \eta = \frac{V_{np}}{V} \cdot 100\%;$$

Задача. При сжигании железа в сосуде, содержащем 21,3 г хлора, было получено 24,3 г хлорида железа (III). Рассчитайте выход продукта реакции.

Решение.

1. Записываем уравнение реакции:



2. Определяем теоретически возможный выход FeCl_3 :

$$m(\text{FeCl}_3) \approx (21,3 \cdot 322) \div 210 \approx 32,66 \text{ (г)}$$

3. Рассчитываем выход продукта:

$$\eta(\text{FeCl}_3) \text{ (24,3} \div \text{32,66)} \cdot 100 \% \text{ 74,4 \%}$$

ОТВЕТ: $\eta(\text{FeCl}_3) \approx 74,4 \%$.

пРИЛОЖЕНИЕ 7

Термохимические расчеты: энтальпия ΔH энтальпия ΔH энергия Гиббса

Критерии направленности процесса

Основной принцип, на котором основываются все термохимические расчеты, установлен в 1840 г. русским химиком **Германом Гессом**. Этот принцип, известный под названием закон Гесса и являющийся частным случаем закона сохранения энергии, можно сформулировать так: *тепловой эффект реакции зависит от начального и конечного состояния веществ и не зависит от промежуточных стадий процесса*. Тепловой эффект реакции зависит от природы реагирующих веществ, агрегатного состояния, условий протекания реакций.

Практическое значение закона Гесса состоит в том, что он позволяет рассчитывать тепловые эффекты химических процессов. В термохимических расчетах обычно используют ряд следствий из закона Гесса:

Следствия из закона Гесса

Следствие 1. Стандартная энтальпия химической реакции (тепловой эффект реакции) равен разности стандартных энтальпий (теплот) образования продуктов реакции и исходных реагентов (с учетом стехиометрических коэффициентов).

$$\Delta H_T^o = \sum n_{\text{пр}} \Delta H_{f \text{ пр}}^o - \sum n_{\text{исх}} \Delta H_{f \text{ исх}}^o$$

Следствие 2. Стандартная энтальпия химической реакции (тепловой эффект реакции) равна разности стандартных энтальпий (теплот) сгорания исходных реагентов и продуктов реакции (с учетом стехиометрических коэффициентов).

$$\Delta H_T^o = \sum n_{\text{исх}} \Delta H_{f \text{ с исх}}^o - \sum n_{\text{пр}} \Delta H_{f \text{ пр}}^o$$

Чаще всего синтезы в лабораториях ведут при постоянном давлении и температуре. В этом случае основным критерием является свободная энергия Гиббса (изобарно-изотермический потенциал, ΔG).

Уравнение Гиббса-Гельмгольца связывает между собой термодинамические параметры систем и наиболее часто используется для определения направления самопроизвольного протекания химической реакции:

$$\Delta G \leq \Delta H - T\Delta S$$

где ΔG – свободная энергия Гиббса, ΔH – энтальпия, ΔS – энтропия реакции.

Для химических реакций, протекающих при постоянных значениях давления и температуры, можно установить следующие критерии: $\Delta G \leq 0$ – система находится в равновесии, $\Delta G < 0$ – реакция протекает самопроизвольно; $\Delta G > 0$ – реакция может протекать только в обратном направлении.

Ниже в таблицах показана направленность протекания химических реакций при разных знаках термодинамических функций состояния системы.

Направленность протекания химических реакций при различных знаках ΔH и ΔS

Знак изменения функций			Возможности или невозможность самопроизвольного протекания реакции
ΔH	ΔS	ΔG	
–	+	–	Возможна при любой температуре
+	–	+	Невозможна при любых температурах
–	–	$\pm$	Возможна при достаточно низких температурах
+	+	$\pm$	Возможна при достаточно высоких температурах

Направленность протекания экзо- и эндотермических реакций при разных знаках термодинамических функций состояния системы

Характеристики	Экзотермическая реакция				Эндотермическая реакция			
ΔH	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
ΔS	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
$T \cdot \Delta S$	Любое	$\neq \Delta H$	$\neq \Delta H$	$\neq \Delta H$	$\neq \Delta H$	$\neq \Delta H$	$\neq \Delta H$	Любое
ΔG	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
Состояние системы	Прямая реакция	Прямая реакция	Равновесие	Обратная реакция	Прямая реакция	Равновесие	Обратная реакция	Обратная реакция

Задача 1. Рассчитайте стандартную энтальпию и стандартную энтропию химической реакции. Определите в каком направлении при 298 °K (прямом или обратном) будет протекать реакция. Рассчитайте температуру, при которой равновероятны оба направления реакции.

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{к}) + 3\text{H}_2 = 2\text{Fe}(\text{к}) + 3\text{H}_2\text{O}(\text{г})$$

Решение.

1. Записываем формулу для расчета *энтальпии* реакции:

$$\Delta H_{\text{р-ции}} = \sum H^\circ_{\text{кон}} - \sum H^\circ_{\text{исх}} \quad (\text{кДж/моль})$$

2. Используя справочные данные **стандартных энтальпий** веществ, находим *энтальпию* данной реакции:

$$\Delta H_{\text{р-ции}} = 2 \cdot \Delta H^\circ_{\text{Fe}} + 3 \cdot \Delta H^\circ_{\text{H}_2\text{O}} - \Delta H^\circ_{\text{Fe}_2\text{O}_3} - 3 \cdot \Delta H^\circ_{\text{H}_2}$$

$$2 \cdot 0 + 3 \cdot (-241,82) - (-822,16) - 3 \cdot 0 = -96,7 \quad (\text{кДж/моль})$$

3. Записываем формулу для расчета *энтропии* реакции:

$$\Delta S_{\text{р-ции}} = \sum S^\circ_{\text{кон}} - \sum S^\circ_{\text{исх}} \quad (\text{Дж/(моль} \cdot \text{K)})$$

4. Используя справочные данные **стандартных энтропий** веществ, находим *энтропию* данной реакции:

$$\Delta S_{\text{р-ции}} \approx 2 \cdot \Delta S^\circ_{\text{Fe}} + 3 \cdot \Delta S^\circ_{\text{H}_2\text{O}} - \Delta S^\circ_{\text{Fe}_2\text{O}_3} - 3 \cdot \Delta S^\circ_{\text{H}_2}$$

$$2 \cdot 27,15 + 3 \cdot 188,7 - 89,96 - 3 \cdot 131 \approx 137,44 \text{ (Дж/(моль} \cdot \text{K))}$$

5. Записываем формулу для расчета свободной энергии Гиббса:

$$\Delta G \approx \Delta H - T \Delta S$$

6. Используя найденные значения **энтальпии и энтропии** данной реакции, находим значение энергии Гиббса реакции:

$$\Delta G \approx 96,7 - 298 \cdot 137,44 \div 1000 \approx 55,75 \text{ (кДж/моль)}$$

7. При $T \approx 298^\circ\text{K}$, $\Delta G \approx 0$ – реакция не идет самопроизвольно, т. е. реакция будет протекать в обратном направлении.

8. Чтобы рассчитать температуру, при которой равновероятны оба направления реакции, надо ΔG приравнять к нулю:

$$\Delta G \approx \Delta H - T \Delta S \approx 0, \text{ тогда}$$

$$T \approx (\Delta G - \Delta H) / \Delta S \approx (0 - 96,7) \div 0,137 \approx 705,83 \text{ (K)}$$

Ответ: При $T \approx 705,83 \text{ K}$ реакция будет идти равновероятно как в прямом, так и в обратном направлении.

Задача 2. Вычислите энергию Гиббса и определите возможность протекания реакции при температурах 1000 и 3000 K.

	$\text{Cr}_2\text{O}_3 (\text{т}) + 3\text{C} (\text{т}) = 2\text{Cr} (\text{т}) + 3\text{CO} (\text{г})$			
$\Delta H_{298}, \text{ кДж/моль}$	– 1141	0	0	– 110,6
$\Delta S_{298}, \text{ Дж/(моль} \cdot \text{K)}$	81,2	5,7	23,6	197,7

Решение.

1. Записываем формулу для расчета энтальпии реакции:

$$\Delta H_{\text{р-ции}} \approx \sum H^\circ_{\text{кон}} - \sum H^\circ_{\text{исх}} \text{ (кДж/моль)}$$

2. Используя справочные данные **стандартных энтальпий** веществ, находим энтальпию данной реакции:

$$\Delta H_{\text{р-ции}} \approx 2 \cdot \Delta H^\circ_{\text{Cr}} + 3 \cdot \Delta H^\circ_{\text{CO}} - \Delta H^\circ_{\text{Cr}_2\text{O}_3} - 3 \cdot \Delta H^\circ_{\text{C}}$$

$$2 \cdot 0 + 3 \cdot (-110,6) - (-1141) - 3 \cdot 0 \approx 809,2 \text{ (кДж/моль)}$$

3. Записываем формулу для расчета энтропии реакции:

$$\Delta S_{\text{р-ции}} = \sum S^{\circ}_{\text{кон}} - \sum S^{\circ}_{\text{исх}} \text{ (Дж/(моль} \cdot \text{К))}$$

4. Используя справочные данные **стандартных энтропий** веществ, находим *энтропию* данной реакции:

$$\Delta S_{\text{р-ции}} = 2 \cdot \Delta S^{\circ}_{\text{Cr}} + 3 \cdot \Delta S^{\circ}_{\text{CO}} - \Delta S^{\circ}_{\text{Cr}_2\text{O}_3} - 3 \cdot \Delta S^{\circ}_{\text{C}}$$

$$2 \cdot 23,6 + 3 \cdot 197,7 - 81,2 - 3 \cdot 5,7 = 542 \text{ (Дж/(моль} \cdot \text{К))}$$

5. Записываем формулу для расчета энергии Гиббса:

$$\Delta G_{\text{р-ции}} = \Delta H_{\text{р-ции}} - T \Delta S_{\text{р-ции}}$$

6. Используя найденные значения **энтальпии и энтропии** данной реакции, находим значение энергии Гиббса реакции **при 1000 К**:

$$\Delta G_{1000} = \Delta H - T \Delta S = 809,2 - 1000 \cdot 542 \div 1000 = 267,2 \text{ (кДж/моль)}$$

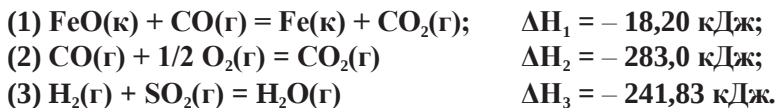
7. $\Delta G_{1000} > 0$, следовательно, реакция **самопроизвольно не идет**.

8. Находим энергию Гиббса **при 3000 К**:

$$\Delta G_{3000} = \Delta H - T \Delta S = 809,2 - 3000 \cdot 542 \div 1000 = -816,8 \text{ (кДж/моль)}$$

Ответ: $\Delta G_{1000} = 267,2$ кДж/моль; $\Delta G_{3000} = -816,8$ кДж/моль. При температуре 3000 К $\Delta G_{3000} < 0$, следовательно, реакция протекает **самопроизвольно**.

Задача 3. Вычислите тепловой эффект реакции восстановления оксида железа (II) водородом, исходя из следующих термохимических уравнений:

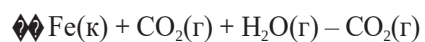


Решение.

1. Записываем уравнение реакции восстановления оксида железа (II) водородом:



2. Уравнение реакции (4) можно получить, если сложить реакции (1) и (3) и вычесть реакцию (2):



3. Применив закон Гесса можно вычислить тепловой эффект реакции (энтальпию реакции):

$$\Delta H_{\text{р-ции}} \rightleftharpoons \Delta H_1 + \Delta H_3 - \Delta H_2 \rightleftharpoons -18,2 + (-241,83) - (-283) \rightleftharpoons \\ \rightleftharpoons 22,97 \approx 23 \text{ (кДж)}$$

Ответ: тепловой эффект реакции восстановления оксида желе-за (II) водородом равен $\Delta H_{\text{р-ции}} \rightleftharpoons 23$ кДж.

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования**
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания по организации и проведению самостоятельной работы
студентов

По дисциплине «Основы неорганического синтеза»
Направление подготовки 04.03.01 Химия Направленность
(профиль)
Неорганическая и аналитическая химия

ВВЕДЕНИЕ

Методика синтеза неорганического соединения – это совокупность приемов, позволяющих получить заданное вещество.

Используются, в основном, шесть методов синтеза.

1. Синтез в водном растворе на воздухе. Это наиболее широко применяемый, дешевый и простой метод. Этим методом получают многие соли, кристаллогидраты, комплексные соединения, гидроксиды.

2. Синтез в водном растворе в инертной атмосфере. Применяется к легко окисляющимся или восстанавливающимся на воздухе веществам (гидроксиды железа(II), ванадия(II), кобальта(II) и др.).

3. Синтез в водном растворе с использованием электрического тока. Используется для синтеза сильных окислителей и восстановителей (например, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ и др.).

4. Синтез в неводном растворе. Используется для получения неустойчивых в воде веществ (гидролизующихся, окисляющихся водой и т.д.). В неводных растворах синтезируют многие безводные галогениды.

5. Синтез при высокой температуре. Этот метод применяют для реакций, невозможных или сильно заторможенных при обычных температурах. Примером может служить синтез хроматов, манганатов, ферритов и др.

6. Синтез при низкой температуре. Его используют для получения веществ, неустойчивых при обычной температуре или в случае использования низкокипящих растворителей (жидкий аммиак и другие).

¹¹⁸ Например, так получают гексахлороп्लомбаты, пероксид натрия и др.

Синтез невозможен без предварительной подготовки.

Подготовка к синтезу включает следующее.

Установление формулы, структуры и свойств получаемого вещества, задание его необходимого количества или массы.

Ознакомление с возможными методами получения этого вещества и выбор наилучшего для данных условий и требований, с учетом термодинамических и кинетических факторов и доступности исходных веществ, материалов, аппаратуры, количества, выхода, чистоты и т.д.

Выбор методов разделения, позволяющих (если это необходимо) очистить это вещество от примесей.

Описание методов идентификации и анализа примесей.

Подбор аппаратуры, исходных веществ и материалов, сборка установки для синтеза.

Образование осадков из растворов (осаждение) – наиболее распространенная операция препаративной химии (так называют раздел химии, который изучает и разрабатывает методы синтеза химических соединений). При проведении этой операции необходимо учитывать растворимость, гидролиз и комплексообразование.

Кристаллические осадки полезно выдержать несколько часов, суток в маточном растворе, где происходят процессы их кристаллизации. При этом мелкие частички растворяются, а крупные растут.

При осаждении осадков происходит соосаждение примесей; его необходимо учитывать и предотвращать при получении чистых веществ. Очистку растворимых осадков от соосажденных примесей можно осуществлять методом многократной перекристаллизации, то есть повторением циклов растворение – осаждение.

Промывание осадков производится методами декантации и промыванием на фильтре. В качестве промывных жидкостей используется вода, разбавленные растворы кислот и щелочей (для предотвращения гидролиза), а также органические жидкости. Промывание горячей водой рекомендуется при низкой растворимости осадков и её слабой зависимости от температуры. Высушивание осадков зависит от их свойств. Соли, образующие кристаллогидраты, высушивают в вакууме, в специальных сухих камерах или эксикаторах. При этом в качестве осушителей используются безводный фосфорный ангидрид P_2O_5 , хлорид кальция $CaCl_2$, концентрированная серная кислота, ангидрон $Mg(ClO_4)_2$, силикагель, цеолиты.

На воздухе при обычной температуре высушивают неустойчивые при нагреве негигроскопичные вещества. Нагреванием в сушильных шкафах высушивают устойчивые вещества. При этом температуру поднимают не сразу, а постепенно во избежание разбрызгивания вещества.

Химические реактивы классифицируются по содержанию примесей (по мере уменьшения их содержания) на технические (техн), чистые (ч), чистые для анализа (чда), химически чистые (хч) и особой чистоты (осч). Необходимая степень чистоты реагентов определяется как требованиями к продукту, так и целью синтеза.

Как правило, исходные препараты должны иметь ту же или более высокую степень чистоты, чем требуемая для продукта. Но если в процессе отделения продукта происходит его очистка, то это требование отпадает. Например, при получении газов часто примеси не образуют летучих соединений.

Для обычных лабораторных синтезов и анализов достаточно иметь препараты марки «чда» или даже «ч».

Чтобы не загрязнять реактивы, необходимо соблюдать некоторые элементарные правила.

Хранить реактивы в посуде с маркировкой (этикеткой), на которой четко указаны название, формула, чистота, дата изготовления.

Реактивы из банок брать сухими фарфоровыми шпателями.

Не сыпать подобранные со стола и неиспользованные реактивы из лабораторной посуды обратно в упаковку (банку).

Взвешивание проводить только в сухих чистых бюксах, чашках, на кальке; гигроскопичные реактивы должны взвешиваться в банках или колбах с притертыми крышками или пробками.

При работе необходимо строго соблюдать как общие правила безопасности, так и специальные меры предосторожности, указанные в описании к каждому синтезу.

Важно помнить, что подготовка к лабораторным работам по синтезам неорганических соединений (в соответствии с календарным планом занятий) осуществляется студентами самостоятельно и заблаговременно.

На лабораторные занятия по синтезам неорганических соединений студент обязан приходить теоретически подготовленным. Студент, теоретически не подготовленный к синтезу неорганического соединения, не допускается к его выполнению!

После выполнения лабораторной работы по каждому синтезу неорганических соединений студенты должны оформить отчет в рабочем журнале.

Студент должен:

- знать правила техники безопасности;
- усвоить теоретический материал, относящийся к данному синтезу;
- изучить содержание и порядок выполнения синтеза;

- знать принципы действия и правила работы с измерительными приборами, особенности конструкции лабораторной установки;
- подготовить ответы на приведенные в методическом руководстве контрольные вопросы;
- выполнить необходимый объем предварительных теоретических расчетов и заготовить необходимые таблицы для внесения экспериментальных значений;
- знать физико-математические формулы, по которым будут проводиться расчеты;
- четко знать и представлять, какая химическая посуда, и какие реактивы необходимы для выполнения каждого опыта;
- уметь записывать и уравнивать уравнения всех проводимых в синтезе химических реакций, по которым проводятся сначала теоретические расчеты, а потом и сам синтез целевого неорганического соединения.
- уметь оформлять отчет самостоятельно и индивидуально.
- по каждому пункту должны быть даны: анализ, сравнения полученных результатов с теоретическими положениями, конкретные выводы. В конце выполненного синтеза необходимо провести расчет по выходу продукта и дать развернутое объяснение, на каких этапах синтеза могли произойти потери продукта, и с чем это может быть связано.

Отчет по синтезу неорганического соединения должен обязательно содержать:

- перечень реактивов, посуды и оборудования, используемых для проведения синтеза, например:

Реактивы, посуда и оборудование: $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (чда), $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (чда), HCl (разбавленная 1:1), BaCl_2 (р-р), дистиллированная вода, стакан химический (100 мл) – 4 шт., стеклянная палочка – 2 шт., химическая пробирка – 1 шт, чашка фарфоровая – 1 шт., бюретка (100 см³), сосуд Ландольта – 2 шт., уравнивательная склянка – 1 шт., резиновая трубка, термометр, водяная баня, калька, весы аналитические электронные, шпатель, фильтровальная бумага, воронка Бюхнера, колба Бунзена, водоструйный или механический насос для фильтрования под пониженным давлением, сушильный шкаф.

- расчет навесок исходных веществ с учетом их существования в виде кристаллогидратов, избытка или соотношения реагентов согласно методике синтеза, исходя из требуемой массы продукта реакции, например:

Расчет навесок исходных веществ по уравнению химической реакции:

Требуемый выход продукта составляет 3 грамма. Реакция осуществляется по уравнению:



$$M(\text{CoCO}_3 \cdot \text{Co}(\text{OH})_2) = 214 \text{ г/моль};$$

$$\nu(\text{CoCO}_3 \cdot \text{Co}(\text{OH})_2) = \frac{3 \text{ г}}{214 \text{ г/моль}} = 0,014 \text{ моль};$$

По уравнению: 2 моль CoSO_4 – 1 моль $\text{CoCO}_3 \cdot \text{Co}(\text{OH})_2$

По условию: $\nu(\text{CoCO}_3 \cdot \text{Co}(\text{OH})_2) = 0,014 \text{ моль}$ $\nu(\text{CoSO}_4)$
 $= 0,028 \text{ моль}; m(\text{CoSO}_4) = 4,34 \text{ г}.$

По уравнению: из 2 моль CoSO_4 – 2 моль Na_2CO_3

$\nu(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,028 \text{ моль}; m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2,968 \text{ г}.$

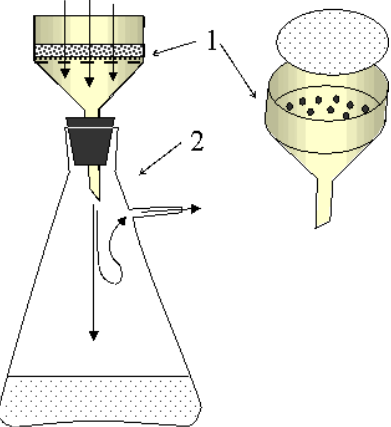
$m(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 8,01 \text{ г}.$

$m(\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 7,87 \text{ г}.$

- ход эксперимента с записью всех последовательных действий от взятия навесок до получения вещества в виде высушенного взвешенного продукта, включая теоретический расчет выхода продукта. Лучше ход эксперимента оформлять в виде таблицы, например:

Ход синтеза основного карбоната кобальта

Действие	Наблюдение
1. Взятие навесок на аналитических весах: 8,01 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 7,87 г $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Внешний вид взвешенных веществ: белый кристаллический порошок кристаллы красного цвета.
122 2. Растворение реагентов в стаканах (100 мл), при 40 °С в минимальном количестве дистиллированной воды.	Происходит растворение солей с образованием растворов: бесцветного и розового цвета.
3. Перемещение стаканов на водяную баню (60° С).	Нагрев растворов до 60 °С (по показаниям термометра).
4. Сливание растворов при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой.	Выпадение студенистого осадка сиреневого цвета, выделение пузырьков углекислого газа.
5. Выдерживание стакана с раствором и осадком при температуре 60 °С в течение 30 мин на водяной бане для «созревания» осадка.	Продолжение выделения пузырьков углекислого газа и расслоение жидкости: раствор над осадком и осадок розово-сиреневого цвета.

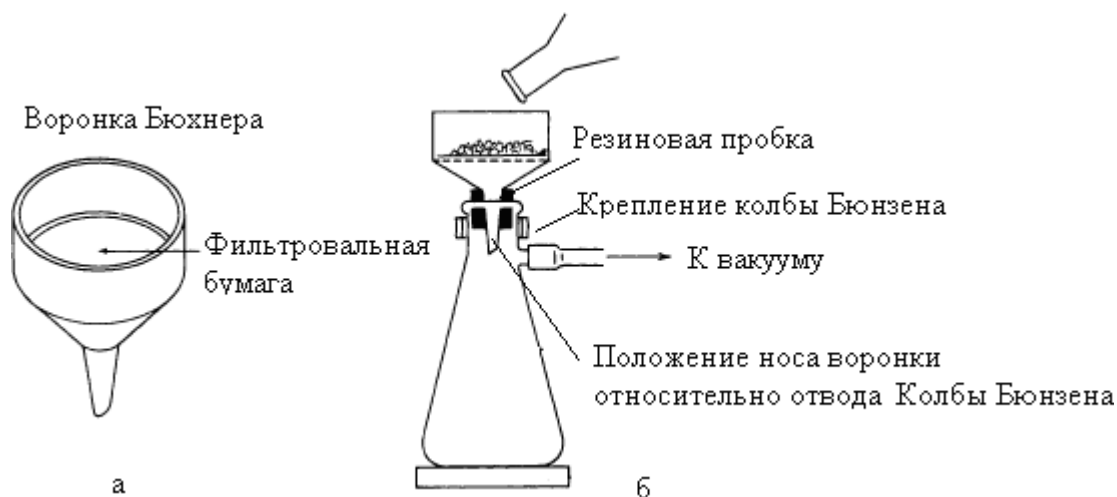
<i>Действие</i>	<i>Наблюдение</i>
6. Подготовка для фильтрования колбы Бунзена и воронки Бюхнера, фильтров из двух слоев фильтровальной бумаги по размеру воронки Бюхнера, фильтры аккуратно помещаются в воронку и перед фильтрованием смачиваются дистиллированной водой. Воронка Бюхнера вставляется в колбу Бунзена, подключается шланг водоструйного насоса при открытом кране с водой.	 1 – колба Бунзена, 2 – Воронка Бюхнера
7. Фильтрование осадка под вакуумом на воронке Бюхнера до появления трещин на осадке, полученный осадок промывается несколько раз декантацией горячей водой и т.д.	На осадке появились трещины, с воронки Бюхнера перестала капать вода. Это означает полное удаление жидкости из осадка.
8. ...	

- При проведении опытов необходимо обезопасить себя от случайного попадания химических веществ. К индивидуальным средствам защиты относятся: **химический халат, перчатки, защитные очки, респираторы**. Волосы должны быть собраны во избежание воспламенения. Необходимо также иметь чистое сухое полотенце или салфетку (для быстрого удаления попавших на кожу твердых и жидких реагентов).

Основные опасности при нагревании растворов связаны с использованием электрического нагревательного прибора (водяной бани): – категорически запрещается: включать баню с электрическим подогревом без воды в сеть;

- необходимо выливать воду из бачка бани с электрическим подогревом в холодном состоянии только при снятой крышке с электронагревателями;
- помещение, в котором эксплуатируется баня, должно быть снабжено вытяжной вентиляцией;
- при эксплуатации бани необходимо соблюдать меры противопожарной и электробезопасности.

Фильтрация на воронке Бюхнера с использованием колбы Бунзена (рисунок ниже) проводится следующим образом.



а – воронка Бюхнера; б – правильное расположение воронки Бюхнера в колбе Бунзена

При подготовке к фильтрованию необходимо тщательно промыть колбу Бунзена и воронку Бюхнера. При работе с водными растворами колбу можно не сушить. Для проведения фильтрования необходимо поместить на дно воронки Бюхнера два бумажных фильтра: нижний по размеру дна воронки, а диаметр верхнего должен быть на 0,5–1,0 см больше диаметра дна воронки. Чтобы изготовить такие фильтры, необходимо взять кружок или лист фильтровальной бумаги, положите его на воронку и слегка надавите сверху ладонью. Меньший фильтр вырезается по шаблону чуть меньше контура с ¹²⁴учетом конусности фильтровальной воронки, а больший – немного больше контура. Затем необходимо поместить меньший фильтр на дно воронки, смочить небольшим количеством дистиллированной воды и плотно прижать ко дну воронки. И наконец, сверху кладется второй фильтр большего диаметра, он смачивается дистиллированной водой, а его края расправляются по стенкам воронки с помощью оплавленной стеклянной палочки. После готовности фильтра, включается насос для создания вакуума (если используется водоструйный насос, то сначала включается вода, и только потом шланг от насоса надевается на отросток колбы Бунзена, предназначенный для соединения с вакуум-насосом), чтобы фильтры плотно «присосались» ко дну и стенкам воронки.

Для проверки работы насоса и герметичности прибора необходимо налить на фильтр небольшое количество воды. Если вода, не задерживаясь, быстро проходит через фильтр, то можно приступить к фильтрованию. Фильтрование проведите следующим образом: при включенном водоструйном насосе раствор со взмученным осадком перенесите на воронку Бюхнера по стеклянной палочке таким образом, чтобы осадок равномерно распределился по всей поверхности фильтра. Фильтрование считается законченным, если на конце воронки не появляются новые капли раствора. Затем следует провести промывание осадка на фильтре. Для промывания осадка на фильтре вначале выключите насос и добавьте к осадку промывную жидкость, взмутите осадок стеклянной палочкой и проведите повторное фильтрование под пониженным давлением. Промывные воды необходимо проверить качественными реакциями на отсутствие целевых катионов и анионов, например, присутствие сульфат-ионов классически доказывают приливая к фильтрату по каплям раствор 0,5 М хлорида бария. Если целевые катионы и анионы отсутствуют, осадок считается полностью промытым.

Все синтезы неорганических соединений выполняются у своего рабочего места или под тягой, при этом нельзя отвлекаться, оставлять приборы без присмотра, покидать лабораторию даже на непродолжительное время. Реакции проводят с таким количеством веществ и в такой посуде, какие указаны в руководстве. На лабораторном столе выполняются все опыты, не представляющие опасности.

Опыты с ядовитыми, неприятно пахнущими веществами, концентрированными кислотами и щелочами выполняются строго в вытяжном шкафу. Эти вещества хранятся там же и переносить их на лабораторные столы категорически запрещается. После работы с такими веществами все содержимое колб и пробирок выливают строго в слив вытяжного шкафа. Остатки особо ядовитых или ценных веществ (соли ртути, мышьяка, серебра и т.п.) выливают в специальные сосуды для соответствующих остатков в вытяжном шкафу.

Отбирать необходимые количества концентрированных кислот для проведения опытов и разбавлять их водой разрешается строго в вытяжном шкафу в стеклянной или фарфоровой термостойкой посуде при перемешивании, причем кислота должна вливается в воду небольшими порциями во избежание сильного разогрева раствора и разбрызгивания.

Химическая посуда, в которой проводилось неправильное разбавление кислоты водой, может треснуть. Особенно осторожно необходимо разбавлять серную концентрированную кислоту и готовить концентрированный раствор щелочи.

При работе с электроприборами (электроплитками, сушильными шкафами, выпрямителями тока, муфельными печами и др.) необходимо следить, чтобы изоляция проводов, и вилки приборов были исправны, иначе ими нельзя пользоваться.

Нельзя исследовать запах неизвестного газа непосредственно из реакционного сосуда, в котором он находится, а следует осторожным движением руки направить к себе воздух с примесью этого газа.

Сухие вещества из банок необходимо брать шпателем или ложечкой, которые после употребления вымыть, вытереть, и только после этого брать другой реактив.

Если сухого вещества взято слишком много, то избыток его высыпать обратно в банку запрещается, за исключением того случая когда вещество отвешивается на весах.

Если раствор в пробирку наливается пипеткой, то последнюю нельзя глубоко опускать в пробирку или касаться ею стенок пробирки. Все склянки с растворами и банки с твердыми веществами необходимо сразу ставить на те же места, откуда их брали.

Правила оказания первой помощи

При небрежной работе и несоблюдении правил техники безопасности возможны различные поражения: легкие отравления от вдыхания вредных газов (хлора, брома, сероводорода, оксида углерода (II) и др.), порезы стеклом, ожоги от горячих предметов, концентрированных растворов кислот, щелочей и др. *При всех несчастных случаях немедленно обратиться к преподавателю или лаборанту.* Чем раньше будут применены имеющиеся в лаборатории средства первой помощи, тем меньше последствий останется у пострадавшего.

Попавшую на руки или лицо кислоту следует сразу же смыть сильной струей воды. Если на кожу попало много концентрированной серной кислоты, то сначала нужно удалить ее чем-нибудь сухим (ватой, бумагой), а затем вымыть проточной водой. На пораженное кислотой место наложить ватный тампон, смоченный разбавленным раствором гидрокарбоната натрия из аптечки, имеющийся в лаборатории.

Попавшую на руки или лицо щелочь надо смыть сильной струей воды, пока кожа не перестанет быть скользкой, и при необходимости нейтрализовать разбавленным раствором уксусной кислоты из аптечки, при необходимости наложить тампон, смоченный этим раствором.

В случае попадания на кожу белого фосфора или ожогов горящим фосфором обработать поврежденное место 2 %-ным раствором сульфата меди (II), наложить на некоторое время тампоны с этим же раствором.

В случае термических ожогов обожженную горячими предметами кожу смазать крепким раствором перманганата калия, если ожог не очень сильный, а при сильном ожоге (если сразу образовались пузыри) применить мазь от ожогов.

При отравлении от вдыхания газов нужно вывести пострадавшего на свежий воздух. При значительном вдыхании паров брома, хлора полезно немного подышать парами сильно разбавленного раствора аммиака (не из склянки, а от слегка смоченной ватки, осторожно).

При попадании растворов реагентов в глаза нужно промыть их проточной водой, осторожно раздвинув веки пальцами. При повреждении раствором кислоты глаза следует промыть разбавленным раствором гидрокарбоната натрия и (с помощью стеклянной глазной ванночки из аптечки или набрав раствор в ладонь, наклониться, приложив к глазу ладонь с раствором и поморгать). При поражении глаза щелочью промывать его следует раствором борной кислоты из аптечки.

При порезах стеклом сначала удалить осколки из раны, потом промыть водой во избежание попадания в кровь реактивов, а далее при небольших порезах остановить кровь разбавленным раствором пероксида водорода и наложить стерильную повязку. При серьезных порезах надо обратиться к врачу. При сильном кровотечении наложить жгут, обязательно прикрепив рядом бумажку с указанием времени наложения жгута, поскольку последний нельзя оставлять непрерывно в течение более

20 минут. Вызвать скорую помощь (*тел.* 103, если не получается дозвониться, то при всех угрожающих жизни состояниях можно звонить по номеру *тел.* 112, адрес: г. Казань, ул. Кремлевская, 29/1).

Далее рассмотрим подробнее некоторые конкретные примеры оказания первой помощи при работе с химическими веществами, которые чаще всего используются при проведении лабораторных работ по синтезу неорганических соединений:

1) При попадании на кожу (рук, лица) концентрированных кислот (серной, азотной) следует немедленно промыть обожжённое место сильной струёй водопроводной воды в течение 3–5 мин, после чего наложить повязку из марли и ваты, смоченной 3%-ным раствором перманганата калия.

При сильных ожогах после оказания первой помощи следует немедленно обратиться к врачу.

2) При ожогах кожи растворами щелочей следует промывать обожжённый участок кожи водой до тех пор, пока она не перестанет быть скользкой на ощупь, после чего следует наложить повязку из 3%-ного раствора перманганата калия.

3) При попадании брызг кислот и щёлочи в глаза немедленно промыть повреждённый глаз большим количеством воды комнатной температуры, после чего немедленно обратиться к врачу.

4) При ожогах кожи горячими предметами (стекло, тигель, металлы) наложить сначала повязку из перманганата калия, а затем повязку с мазью от ожогов. При сильных ожогах после оказания первой помощи следует немедленно обратиться к врачу.

5) При ожогах фосфором необходимо наложить на обожжённое место повязку, смоченную 2 %-ным раствором сульфата меди(II).

6) При отравлении газами, а именно, хлором, бромом, хлороводородом, сероводородом, окисью углерода, оксидом серы(IV) или сернистым газом необходимо вывести пострадавшего на воздух, а затем немедленно обратиться к врачу.

1. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ ПРИНЦИПАМ СИНТЕЗА НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

1.1. Различные принципы классификации методов неорганического синтеза. Особенности применения методов синтеза неорганических веществ по условиям их проведения.

1.2. Почему в ряде случаев нельзя использовать воду в качестве растворителя, какие осложнения при этом могут возникнуть?

1.3. Дайте количественную оценку окислительно-восстановительных свойств воды. Приведите примеры и напишите соответствующие уравнения реакций.

1.4. Почему растворы солей железа(II) сравнительно устойчивы на воздухе в кислом растворе, но при подщелачивании такого раствора идет быстрое их окисление?

1.5. Почему при проведении синтеза многих веществ необходимо строго соблюдать стехиометрическое соотношение реагентов? Что может быть в случае избытка одного из реагентов?

1.6. Какие меры необходимо предпринять для количественного выделения продукта синтеза из раствора?

1.7. Какую роль играет гидролиз при синтезе труднорастворимых веществ (например, сульфидов или карбонатов поливалентных металлов)?

1.8. Какие условия проведения реакций необходимо соблюдать при синтезе труднорастворимых гидроксидов металлов?

1.9. Условия получения крупнокристаллических осадков.

1.10. Какие факторы необходимо учитывать при подборе промывной жидкости? Что можно использовать при промывании осадков CdCO_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$?

1.11. Способы осушки неводных растворителей. При синтезе каких соединений используются неводные растворители?

1.12. Особенности протекания реакций в твердой фазе. От чего зависит скорость протекания таких реакций?

1.13. Принципы подбора осушителей для газов. Почему для сушки хлороводорода нельзя использовать оксиды кальция или магния, а для сушки иодоводорода – концентрированную серную кислоту? Чем можно сушить указанные вещества?

1.14. Почему реакции термического разложения твердых веществ в отличие от реакций взаимодействия двух твердых веществ идут с большой скоростью?

1.15. Почему безводные хлориды алюминия, железа и ряда других металлов получают взаимодействием металла с хлором, а не с соляной кислотой?

1.16. Почему при синтезах комплексных соединений, в которых лигандами являются молекулы аммиака, берется многократный избыток аммиака по сравнению со стехиометрическим соотношением? Что получится, если избыток аммиака невелик?

1.17. Для получения кристаллогидрата соли металла средней активности используется реакция взаимодействия металла с раствором кислоты. Какое из реагирующих веществ следует взять в избытке и почему?

1.18. Какую технику безопасности необходимо соблюдать при фильтровании на воронке Бюхнера? Как правильно подключать водоструйный насос?

1.19. Как правильно приготовить тигель с исходными веществами для проведения синтеза при высокой температуре? По каким признакам можно судить о завершении реакции? Как правильно расположить крышечку тигля при проведении синтеза?

1.20. Почему при проведении некоторых синтезов в одном растворе необходимо четко контролировать кислотность среды, pH раствора? Приведите примеры таких синтезов. Какие буферные системы удобно использовать для поддержания pH раствора?

2. ВОПРОСЫ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ СИНТЕЗАХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

2.1. В каких случаях синтез проводится «под тягой»? Когда необходимо опускать стекло вытяжного шкафа?

2.2. В каких случаях нагревание производится на водяной бане, а в каких – газовой горелкой? Когда можно нагревать водяную баню горелкой, а когда только электронагревателем?

2.3. Какие вещества и почему нельзя сушить в сушильном шкафу? Как их можно сушить?

2.4. Какие правила необходимо соблюдать при сплавлении или нагревании веществ в муфельной печи? Когда можно сплавлять на горелке и как правильно это сделать?

2.5. Для синтеза необходимо измельчить едкую щелочь и взять определенное количество ее. Какие правила соблюдать при измельчении, когда отвесить нужное количество – до или после измельчения? Как взвешивать едкие вещества?

2.6. Как правильно приготовить разбавленные растворы кислот, в том числе серной кислоты? Почему в последнем случае нельзя пользоваться обычными склянками?

2.7. Как следует работать, если в синтезе используются фториды?

2.8. При синтезе используется жидкий бром. Каковы правила работы с ним? Какие средства защиты должны быть заранее приготовлены?

2.9. Для сильного охлаждения веществ используют жидкий азот. Каковы правила обращения с ним?

131

2.10. Для осушки газа нужно использовать фосфорный ангидрид, помещаемый в трубку на стеклянной вате (почему?). Какие меры предосторожности необходимы при заполнении осушительной трубки? Что делать с этой трубкой по окончании работы?

2.11. Какие вещества можно взвешивать на листе бумаги (лучше кальки), а какие – на часовом стекле или в стеклянном стакане, бюксе? Какие вещества нельзя брать металлическим шпателем?

2.12. Каковы меры предосторожности при работе с металлической ртутью? С соединениями ртути(II) и ртути(I)? Как собирать пролитую ртуть? Каким способом можно очистить собранную ртуть? С какими металлами ртуть образует амальгамы?

2.13. С какими веществами ни в коем случае не должны соприкасаться перманганат калия, хлорат калия и другие соли кислородных кислот галогенов?

2.14. Какие меры предосторожности необходимы при использовании уменьшенного давления (отсасывание на воронке Бюхнера, перегонка под уменьшенным давлением)?

2.15. Вещество получается путем восстановления водородом при нагревании. Какие правила безопасности необходимо соблюдать при этой работе?

2.16. При синтезе металл растворяется в кислоте с выделением водорода. Какие меры предосторожности необходимы при этом? А какие, если выделяются оксиды азота?

2.17. Газ получается в приборе и затем сушится концентрированной серной кислотой. Что может случиться при уменьшении в приборе давления и что необходимо сделать, чтобы исключить возможность засасывания кислоты в прибор?

2.18. Каковы правила при работе с фосфором? Как погасить горящий фосфор? Чем обработать после этого посуду и все, на что мог попасть горящий фосфор?

2.19. Как работать с сероводородом? Какое свойство делает его особенно опасным?

2.20. Какие правила следует соблюдать при сборке прибора, когда синтез связан с пропусканием газа? Что может произойти, если газ интенсивно поглощается раствором (например, CO_2 – щелочью), и как воспрепятствовать засасыванию раствора в промывные склянки или прибор для получения газа?

2.21. Почему при получении жидкого аммиака (или сжигании другого газа) категорически запрещается закрывать пробкой сосуд, где охлаждается газ? Чем и как его можно прикрыть?

2.22. При синтезе необходимо нагревать раствор с осадком. Как это правильно сделать? Как следует перемешивать осадок?

2.23. Какие правила необходимо соблюдать при использовании механических мешалок? Как правильно включать мешалку?

2.24. В каких случаях категорически запрещается концентрировать раствор, упаривая его в чашке на горелке?

2.25. При работе используется металлический натрий. Каковы меры предосторожности при работе с натрием? Как следует подготовить его перед внесением в прибор? Что делать с остатками натрия?

2.26. Синтезированное вещество требуется промыть спиртом и эфиром. Какие меры предосторожности должны при этом соблюдаться?

2.27. Какие правила следует соблюдать при проведении электролиза?

2.28. Часто в синтезах используются органические растворители. Какие правила следует соблюдать, чтобы избежать несчастных случаев?

2.29. Каковы правила первой помощи при термическом ожоге?

2.30. Что следует делать при попадании на кожу концентрированной кислоты или щелочи? Почему при попадании на кожу большого количества концентрированной серной кислоты ее нельзя сразу смывать водой? Что нужно сделать сначала?

2.31. Каковы правила первой помощи при термическом ожоге? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?

2.32. Каковы правила первой помощи при ожоге кислотой? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?

2.33. Каковы правила первой помощи при ожоге щелочью? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?

2.34. Каковы правила первой помощи при ожоге бромом? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?

2.35. Каковы правила первой помощи при ожоге горящим фосфором? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?

133

2.36. Что делать при попадании растворов на лицо?

2.37. Как правильно промывать глаза при попадании брызг раствора или крупинок твердого вещества? Чем промывают глаза?

3. СИНТЕЗЫ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ВОДНОГО РАСТВОРА С ГАЗОМ

3.1. ИОДИД МЕДИ(I)

Работу следует проводить при искусственном освещении, оберегая препарат от дневного света. Раствор, содержащий 0,528 молей $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 300 мл воды, насытить сернистым газом, добавляя небольшими порциями при перемешивании 87 г иодида калия в виде его 50 %-ного раствора. Сернистый газ пропускать до тех пор, пока раствор не обесцветится, а осадок не побелеет. Какую роль в этом процессе выполняет сернистый газ? Образовавшийся осадок отсосать на воронке Бюхнера и промыть до полного удаления сульфат-ионов. Как это проверить? Промытый осадок высушить в эксикаторе над прокаленным хлоридом кальция или в фарфоровой чашке при температуре 50 °С при перемешивании.

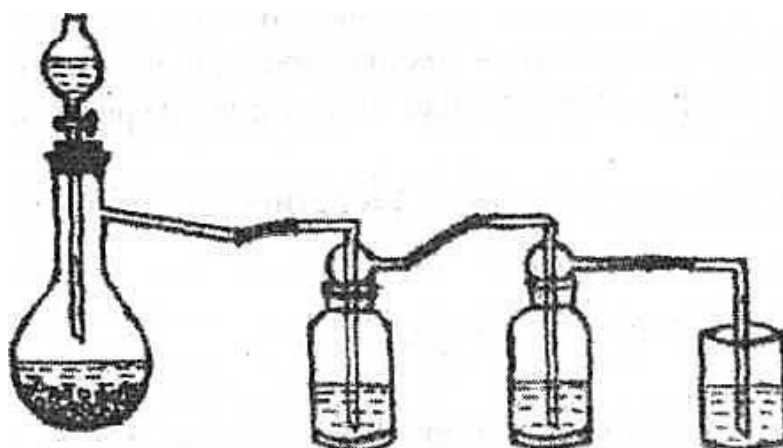
Рассчитать процент выхода продукта от теоретически рассчитанного.

3.2. ВИСМУТАТ(V) НАТРИЯ

Нитрат висмута и гидроксид натрия берут в отношении молей 1:12. Сначала готовят 35 %-ный раствор нитрата висмута в 5 %-ной азотной кислоте. К полученному раствору небольшими порциями при перемешивании добавить 40 %-ный раствор гидроксида натрия до полного осаждения ионов Bi(III) . Как проверить полноту осаждения? Образовавшийся осадок (каков его состав?) отделить на стеклянном фильтре, промыть водой и перенести в стакан. Затем через оставшуюся часть 40 %-ного раствора гидроксида натрия нужно пропустить сильную струю хлора в течение 15–20 минут. Что образуется в растворе? Раствор нагреть до кипения, не прекращая пропускание хлора, затем необходимо прилить к полученному ранее осадку, нагреть смесь и еще некоторое время пропускать хлор. Что наблюдается? Полученный осадок промыть методом декантации, затем на фильтре до полного удаления хлорид-ионов, высушить при температуре 100–150 °С в сушильном шкафу, взвесить, перенести в сухую пробирку с заранее подобранной пробкой. Рассчитать процент выхода продукта от теоретически возможного.

3.3. БРОМАТ КАЛИЯ

Приготовить 10 %-ный раствор бромида калия, добавить к нему трехкратное, относительно вычисленного по уравнению реакции, количество твердого гидроксида калия (каковы правила его взвешивания?)



и пропустить в течение 20–25 мин. ток очищенного хлора (см. рисунок).
От каких примесей в данном случае очищают хлор? Почему рекомендуется брать избыток щелочи? Окончание насыщения определить следующим образом. Пробу раствора (10 мл) разбавить 10 мл H_2O и прокипятить до полного удаления хлора (иодкрахмальная бумажка не должна синеть в парах жидкости) и добавить каплю раствора фенолфталеина. При полном насыщении хлором проба раствора не должна окрашиваться в красный цвет. Выпавшие кристаллы отделить от маточного раствора, пользуясь стеклянным фильтром. Если кристаллы имеют слабую окраску, их необходимо промыть 1–2 %-ным раствором гидроксида калия. За счет какой химической реакции окраска при этом исчезает? Высушить кристаллы при 80–85 °С или при комнатной температуре на воздухе, взвесить и перенести в чистую сухую стеклянную пробирку с заранее подобранной пробкой. Рассчитать процент выхода продукта от теоретически рассчитанного.

3.4. ТЕТРАИОДОМЕРКУРАТ(II) МЕДИ(I)

Приготовить 0,4 М раствор иодида калия и 0,2 М раствор нитрата ртути(II), взятых в соотношении молей 4:1. Учесть при этом легкую гидролизуемость растворенных солей ртути(II). Слить при постоянном перемешивании раствор нитрата ртути и половину приготовленного раствора иодида калия. Образовавшийся осадок (каков его состав и цвет?) отфильтровать, промыть на фильтре холодной водой, затем перенести в стакан и добавить к нему вторую половину приготовленного раствора иодида калия. Чем объяснить наблюдаемое при этом растворение осадка? К полученному раствору прилить рассчитанное количество 1 М раствора сульфата меди. Что наблюдается? В образовавшуюся смесь пропустить ток сернистого газа. Как получить сернистый газ? Какова роль сернистого газа в этом процессе? Что наблюдается при пропускании сернистого газа? Вновь выделившийся осадок (каков его состав и цвет?) отфильтровать, промыть водой, высушить в сушильном шкафу при температуре 60 °С и взвесить. Полученное вещество поместить в сухую пробирку с заранее подобранной пробкой. Рассчитать процент выхода продукта от теоретически рассчитанного.

3.5. ХЛОРИД ГЕКСААММИНКОБАЛЬТА(III)

Приготовить смесь хлорида кобальта(II), хлорида аммония и воды в соотношении молей 1:3:18. Смесь встряхивать до растворения большей части солей, добавить к ней равный объем 25 %-ного раствора аммиака и активированного угля (примерно 0,025 массы исходного хлорида аммония) и пропустить (см. рисунок) сильную струю воздуха до изменения окраски раствора (желто-бурой).



Что при этом происходит? Можно ли пропускание воздуха заменить какой-либо другой операцией? Для чего необходим активированный уголь?

После окончания реакции осадок отделить на воронке Бюхнера, снять с фильтра и обработать его при нагревании на электрической плитке 0,2 н раствором хлороводородной кислоты до полного растворения кристаллов. Затем отделить уголь, фильтруя смесь в горячем виде. Кристаллы комплекса из фильтрата осадить добавлением к нему равного объема концентрированной хлороводородной кислоты (какова ее роль?) и медленным охлаждением смеси до 0 °С. Полученные кристаллы отделить, промыть на фильтре последовательно 60 %-ным и 96 %-ным растворами спирта, высушить при температуре не выше 100 °С (почему 100 °С?), взвесить и поместить в сухую пробирку с заранее подобранной пробкой. Рассчитать процент выхода продукта от теоретически рассчитанного.

3.6. ГЕКСАНИТРОКОБАЛЬТАТ(III) НАТРИЯ

Гексанитрокобальтат(III) натрия является реактивом, который используется в аналитической химии для определения в растворе катионов калия.

Приготовить насыщенные при комнатной температуре растворы хлорида кобальта(II) и нитрита натрия взять их в отношении молей 1:10 и нагреть до температуры 40–50 °С, слить их, и к полученному раствору при постоянном перемешивании небольшими порциями добавить 50 %-ный раствор уксусной кислоты, объем которой должен быть равен объему раствора хлорида кобальта. Через образовавшуюся смесь пропустить сильный ток воздуха в течение 30–40 минут.

137

Что при этом происходит? После пропускания воздуха к смеси прилить при перемешивании тонкой струйкой равный объем 96 %-ного раствора этилового спирта (зачем?). Выпавшие кристаллы отсосать, промыть спиртом, затем эфиром, высушить на воздухе и взвесить. Полученное вещество переложить в пробирку и использовать для аналитического определения в растворе ионов калия.

Рассчитать процент выхода продукта от теоретически рассчитанного.

4. СИНТЕЗЫ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ВОДНОГО РАСТВОРА С ТВЕРДЫМ ВЕЩЕСТВОМ

4.1. ХЛОРОВОДОРОДНАЯ КИСЛОТА

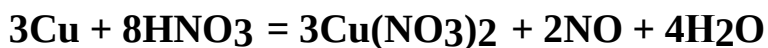
В колбу Вюрца помещают твердый хлорид натрия. К нему по каплям добавляют концентрированную серную кислоту из капельной воронки. Образующийся хлороводород через предохранительную склянку пропускают для поглощения в стакан с дистиллированной водой объемом около 100 мл. Во избежание загрязнения продукта на конец газоотводной трубки надевается стеклянная воронка, которая погружается в жидкость на глубину 0,5 см. В случае разогревания образующегося раствора стакан с содержимым охлаждают специальной смесью. Чтобы приготовить раствор соляной кислоты с плотностью 1,04–1,06 г/см³, хлороводород пропускают примерно в течение 1-го часа. Из указанного раствора можно получить кислоту азеотропного состава. Для этого собирают прибор для перегонки жидкостей. Перегонную колбу заполняют раствором соляной кислоты на 1/2 ее объема с требуемой плотностью и помещают несколько кусочков пористого материала. Сверху в колбу на шлифе вставляется насадка с боковым отводом, в которую вставляется термометр на шлифе таким образом, чтобы шарик с ртутью находился чуть ниже бокового отвода и полностью омывался парами. К боковому отводу насадки присоединяется холодильник Либиха, который соединяется с приемником посредством аллонжа – паука. Перегонную колбу нагревают так, чтобы перегонка происходила постепенно. При интенсивной перегонке в колбе создается повышенное давление, и измеряемая температура не соответствует температуре кипения отгоняемой фракции. При перегонке чистого вещества температура кипения остается постоянной в течение всего процесса, а в случае перегонки смеси температура повышается. Кислоту в колбе нагревают до кипения, отмечают начальную температуру кипения кислоты. Поворотом аллонжа – паука меняют приемник при температуре 108 °С и отгоняют в него 50–60 мл жидкости. Измеряют плотность полученного раствора, находят по справочнику соответствующую концентрацию кислоты, сравнивают ее с концентрацией азеотропной смеси.

4.2. НИТРАТ СВИНЦА(II)

15 г оксида свинца(II) помещают в фарфоровую чашку. Постоянно помешивая, добавляют к нему 5 %-ный раствор азотной кислоты, взятый в полуторном избытке. Если реакция протекает медленно, смесь нагревают на водяной бане. После окончания реакции раствор упаривают до начала кристаллизации и охлаждают. Выпавшие кристаллы отделяют на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством воды, высушивают при 100 °С. Взвешивают полученный продукт, и вещество переносят в сухую пробирку с пробкой. Вычисляют выход полученного продукта в процентах от теоретически возможного.

4.3. НИТРАТ МЕДИ(II) ТРИГИДРАТ

Кристаллогидрат нитрата меди можно получить при растворении металлической меди в разбавленной азотной кислоте:



Медь берется в виде медных стружек, проволоки или опилок. 30%-ный раствор азотной кислоты готовится из более концентрированного раствора азотной кислоты, имеющегося в лаборатории. Плотность последнего и его массовая доля определяются ареометром и по справочным таблицам. Делаются расчеты, которые записываются в отчет. Для синтеза следует взять полуторный избыток 30%-ной азотной кислоты по отношению к рассчитанному по уравнению реакции.

Работу выполняют в вытяжном шкафу.

139

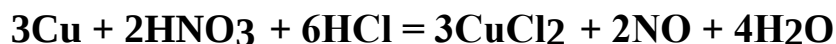
В фарфоровую чашку помещают 3 г взвешенной на теххимических весах металлической меди. К меди постепенно добавляют 34 мл 30 %-ной азотной кислоты. После прибавления всей кислоты раствор нагревают на водяной бане до окончания реакции – до окончания выделения бурых паров оксидов азота. Раствор охлаждают, добавляют 5–6 мл воды, раствор перемешивают, фильтруют (какой фильтр?), фильтрат упаривают на водяной бане при 60–70 °С до начала кристаллизации и охлаждают. Выпавшие кристаллы быстро отделяют на воронке Бюхнера, промывают на фильтре очень небольшим количеством охлажденной воды, сушат между листами фильтровальной бумаги и немедленно переносят в сухую, чистую, заранее взвешенную пробирку, лучше с притертой пробкой.

Упариванием маточного раствора можно получить еще некоторое количество менее чистого препарата.

Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически возможного. Исследуют свойства тригидрата нитрата меди(II).

4.4. ХЛОРИД МЕДИ(II) ДИГИДРАТ

Кристаллогидрат хлорида меди(II) можно получить растворением металлической меди в царской водке:



Чтобы получить достаточное для исследования свойств количество хлорида меди(II), необходимо 3 г медных стружек или медной проволоки. Количества соляной и азотной кислот рассчитывают исходя из уравнения реакции. Для связывания окисленной меди в соль рекомендуется взять небольшой (6 %-ный) избыток 20 %-ной хлороводородной кислоты. Избыток азотной кислоты составляет 20 % от теоретически рассчитанного. Синтез выполняется в вытяжном шкафу. В фарфоровую чашку наливают 16 мл 20 %-ного раствора хлороводородной кислоты, 2,6 мл азотной кислоты плотностью 1,4 г/мл. Аккуратно перемешивают смесь стеклянной палочкой. Объемы используемых кислот должны быть подтверждены расчетами и представлены в отчете. В смесь осторожно вносят 3 г меди. Смесь нагревают на водяной бане. Сначала реакция идет бурно, затем медленнее.

Если реакция замедляется из-за образования в реакционной смеси твердого осадка соли, следует осторожно добавить в эту смесь немного воды. По окончании реакции раствор фильтруют, фильтрат упаривают на водяной бане до $\frac{1}{3}$ объема и охлаждают. Выпавшие кристаллы отделяют на воронке Бюхнера и затем растворяют в воде. Раствор снова упаривают до появления тонкой кристаллической пленки и охлаждают. Кристаллы $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшими порциями охлажденного спирта и сушат. Сушить можно между листами фильтровальной бумаги или рассыпав тонким слоем на стекле при 30 °С, изредка перемешивая. Когда зеленые кристаллы станут зеленовато-голубыми, температуру повышают до 50 °С и сушат до тех пор, пока кристаллы перестанут прилипать к стеклянной палочке.

Внимательно следят за процессом сушки. Длительное нагревание может повести к побурению препарата. Полученное вещество взвешивают и переносят в сухую чистую пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного. Исследуют свойства полученной соли.

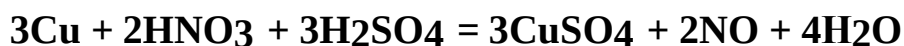
4.5. ХЛОРИД МАРГАНЦА(II) ТЕТРАГИДРАТ

Препарат можно получить при действии концентрированной хлороводородной (соляной) кислоты на диоксид марганца(IV). Реакцию проводят в вытяжном шкафу.

В фарфоровую чашку помещают 12 г диоксида марганца и 193 мл концентрированной хлороводородной кислоты (взять двукратный избыток кислоты относительно вычисленного вследствие летучести кислоты). Смесь нагревают на песчаной бане. После окончания реакции полученный раствор отфильтровывают от примесей на воронке Шотта. Раствор должен быть кислым (pH~1). В противном случае раствор подкисляют хлороводородной кислотой и упаривают на водяной бане до появления тонкой пленки кристаллов на поверхности жидкости. Чашку с раствором охлаждают, выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора на воронке Бюхнера. Если кристаллы получились грязно-желтые, их очищают, промывая небольшим количеством спирта. Кристаллы отжимают между листами фильтровальной бумаги, и сушат в эксикаторе над концентрированной серной кислотой. Высушенные кристаллы взвешивают. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного по уравнению реакции.

4.6. СУЛЬФАТ МЕДИ(II) ПЕНТАГИДРАТ

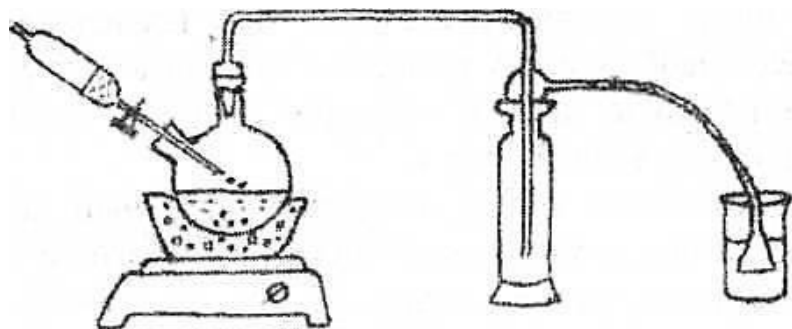
Препарат получают растворением меди в смеси серной и азотной кислот.



Количества серной и азотной кислот вычисляют в предположении, что азотная кислота идет на окисление меди, серная — на солеобразование. Почему здесь можно допустить такую схему реакции?

Серную кислоту берут с 10 %-ным избытком, азотную – с 50 %-ным избытком относительно вычисленных по уравнению реакции количеств.

Синтез препарата рекомендуется проводить в приборе, изображенном на рисунке.



Работу выполняют в вытяжном шкафу. 3 г меди и вычисленный объем концентрированной серной кислоты помещают в фарфоровую чашку. Смесь нагревают на песчаной бане до температуры 70–80 °С и добавляют осторожно, небольшими порциями (прикапывают) концентрированную азотную кислоту. Нет ли опасности загрязнения конечного продукта примесью нитрата меди? Как избежать такого загрязнения? Если реакция замедляется вследствие образования на поверхности сульфата меди или оксида меди, к реакционной смеси (осторожно!) добавляют небольшое количество воды. После окончания реакции (как определить ее конец?) добавляют примерно половинное по объему всей смеси количество воды и раствор в случае необходимости фильтруют. Какой выбирают фильтр? Профильтрованный раствор упаривают на водяной бане до появления тонкой пленки кристаллов на поверхности и медленно охлаждают. Можно оставить кристаллизаться до следующего дня.

Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством ледяной воды. Для получения препарата «х.ч.» проводят 2–3 перекристаллизации. Для этого полученные кристаллы отдельно растворяют в горячей воде (6 мл воды на 4 г соли), фильтруют, фильтрат упаривают до образования пленки кристаллов и охлаждают. Кристаллы отделяют на воронке Бюхнера, сушат между листами фильтровальной бумаги, взвешивают и переносят в чистую сухую пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в % от теоретически рассчитанного. Исследуют свойства полученного вещества.

Многократная перекристаллизация не освобождает сульфат меди от железа.

От железа медный купорос можно очистить химическим путем, осаждая железо в виде гидроксида железа(III) с помощью гидроксида натрия и перекиси водорода.

4.7. СУЛЬФАТ ЦИНКА(II) ГЕПТАГИДРАТ

В стакан или колбу помещают 4 г гранулированного цинка и приливают 57 мл 10 %-ной серной кислоты. Этот объем кислоты соответствует 2 %-ному избытку ее по сравнению с вычисленным по уравнению реакции. В отчете по синтезу будет необходимо привести уравнение реакции, вычисления объема 10 %-ной кислоты и расчеты, связанные с приготовлением 10 %-ного раствора из концентрированного раствора серной кислоты, имеющейся в лаборатории. Для ускорения реакции взаимодействия цинка с серной кислотой в раствор добавляют несколько капель раствора сульфата меди. Стакан закрывают часовым стеклом (с какой целью) и слегка нагревают. После окончания реакции раствор профильтровывают в фарфоровую чашку, упаривают примерно до 1/3 первоначального объема и оставляют для кристаллизации. Полученные кристаллы отделяют на воронке Бюхнера и сушат между листами фильтровальной бумаги, переносят в сухую, заранее взвешенную пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного. Исследуют свойства вещества.

Для получения сульфата цинка целесообразно перерабатывать отработанные растворы из аппарата Киппа при получении водорода из серной кислоты и цинка.

143

4.8. НИТРАТ ЖЕЛЕЗА(III) НОНАГИДРАТ

Препарат $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ можно получить при действии разбавленной азотной кислоты на металлическое железо:



Основное оборудование, необходимое для работы: трехгорлая колба, шариковый холодильник, три поглотительные склянки, водоструйный насос, зажим Мора (или другой).

В боковое горло колбы вставляют обратный холодильник.

Холодильник соединяют с помощью трубок и шлангов с тремя поглотительными склянками и далее с водоструйным насосом. В две поглотительные склянки наливают по 15 мл концентрированной азотной кислоты. Поглотительная склянка перед водоструйным насосом пустая. Через вертикальное горло реакционной колбы опускают стеклянную трубку для подачи воздуха так, чтобы она доходила почти до уровня жидкости. (Стеклянную трубку можно вставить и в боковое горло колбы). В реакционную колбу, помещенную на водяную баню, наливают 30 мл воды, 82 мл азотной кислоты плотностью 1,35 г/мл. Кислоту берут в избытке относительно рассчитанного. Раствор азотной кислоты нагревают до 40–50 °С, включают слабо действующий водоструйный насос и небольшими порциями вносят железо. Если реакция протекает бурно, нагрев смеси уменьшают. Реакция идет примерно 1,5–2 часа, в течение этого времени прибавляют 15 г железа. Выделяющиеся оксиды азота просасываются через азотную кислоту в поглотительных склянках, растворяются в ней, при этом объем кислоты значительно увеличивается. Когда жидкость в поглотительных склянках окрасится в интенсивно желтый цвет, закрывают зажим (стоит после холодильника), отсоединяют эти склянки, а обратный холодильник через трубку соединяют с пустой поглотительной склянкой. После окончания реакции (как определить ее конец?) нагревание прекращают, раствор фильтруют в фарфоровую чашку, упаривают в вытяжном шкафу до образования на поверхности толстой плёнки кристаллов и тотчас же приливают к нему из поглотительных склянок 55 мл азотной кислоты, насыщенной оксидами азота (зачем?). Стеклянной палочкой размешивают содержимое чашки, раздавливая приставшую к стенкам кристаллическую корку. Раствор можно оставить в фарфоровой чашке или перенести в стакан, накрыть стеклом или чашкой Петри и оставить кристаллизоваться при температуре 0 °С и ниже. Если на другой день кристаллы не появились, то в раствор вносят затравку (кристаллик нитрата железа) и оставляют еще на 3–4 часа на холоду. После этого маточный раствор сливают, кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают несколько раз небольшими количествами 20 %-ной азотной кислоты (не более 8–10 мл), сушат между листами фильтровальной бумаги и быстро переносят в сухую пробирку с плотно закрывающейся пробкой. Пробирку заливают парафином. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

4.9. СУЛЬФАТ ЖЕЛЕЗА(II) ГЕПТАГИДРАТ

10 г порошка железа растворяют в стакане при слабом нагревании в рассчитанном количестве 25%-ного раствора серной кислоты, взятой с 10 %-ным избытком. После окончания реакции в случае необходимости раствор быстро фильтруют. Если среда раствора близка к нейтральной, раствор подкисляют. Затем раствор переносят в фарфоровую чашку и для выпадения кристаллов из раствора либо помещают чашку над концентрированной серной кислотой в эксикатор, либо упаривают раствор на водяной бане в атмосфере инертного газа и охлаждают. При упаривании над чашкой с раствором укрепляют достаточно большую воронку, соединенную с аппаратом, в котором получается газ, например, диоксид углерода. Ускорить выпадение кристаллов из раствора можно путем введения в раствор безводного спирта. Выпавшие кристаллы быстро отделяют от маточного раствора, промывают небольшим количеством охлажденной воды, затем спирта и сушат между листами фильтровальной бумаги. Высушенное вещество взвешивают и переносят в сухую пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

4.10. СУЛЬФАТ ЖЕЛЕЗА(II) - АММОНИЯ ГЕКСАГИДРАТ (СОЛЬ МОРА)

Соль Мора относится к двойным¹⁴⁵ солям типа шенита $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Для ее получения смешивают горячие близкие к насыщению растворы сульфата аммония и сульфата железа(II), в каждом из которых содержится одинаковое количество соли (по 0,05 моль). Раствор сульфата железа(II) может быть приготовлен растворением готового гептагидрата сульфата железа(II). Если железный купорос сильно загрязнен солями железа(III) бурого цвета, то раствор сульфата железа(II) можно получить растворением металлического железа в серной кислоте, как описано в работе 4.9, а перед упариванием в раствор добавляется необходимое количество сульфата аммония, растворенного в минимальном количестве воды.

Можно поступить иначе: загрязненный железный купорос растворяют в воде, подкисляют серной кислотой и нагревают на водяной бане с порошком или кусочками железа для восстановления железа(III), проверяя полноту восстановления по реакции с роданид-ионами. Избыток железа отделяют фильтрованием в горячем состоянии.

Для выделения кристаллов двойной соли раствор сульфатов аммония и железа(II) упаривают в чашке на водяной бане до появления пленки кристаллов, затем охлаждают, отделяют кристаллы на воронке Бюхнера и осушают их между листами фильтровальной бумаги. Продукт взвешивают и хранят в плотно закрывающейся посуде. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретического.

4.11. СУЛЬФАТ КОБАЛЬТА(II) ГЕПТАГИДРАТ

В стакан или колбу с отмеренным объемом 20 %-ного раствора серной кислоты, взятой с 1–2 %-ным избытком, вносят небольшими порциями при постоянном перемешивании 20 г карбоната кобальта. После окончания реакции в случае необходимости раствор фильтруют, а затем упаривают на водяной бане до появления на поверхности раствора тонкой пленки кристаллов. Среда упариваемого раствора должна быть слабокислой. Раствор охлаждают и оставляют на кристаллизацию. Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора, промывают небольшими порциями охлажденной воды и сушат при 40–50 °С. Высушенное вещество взвешивают. Вычисляют выход продукта в процентах относительно теоретически рассчитанного.¹⁴⁶

4.12. СУЛЬФАТ КОБАЛЬТА(II) - АММОНИЯ ГЕКСАГИДРАТ

Двойная соль $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ относится к солям типа шёнита. Для ее получения смешивают горячие, близкие к насыщению растворы сульфата кобальта(II) и сульфата аммония, в каждом из которых содержится одинаковое количество соли (по 0,05 моль). Раствор сульфата кобальта(II) может быть приготовлен либо из готовой соли, либо растворением соответствующего количества карбоната кобальта(II) в растворе серной кислоты, как описано в работе 4.11.

Для выделения кристаллов двойной соли раствор сульфатов аммония и кобальта(II) упаривают в чашке на водяной бане до появления пленки кристаллов, затем охлаждают, кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, осушают между листами фильтровальной бумаги и взвешивают. Хранят кристаллы в плотно закрывающейся посуде.

4.13. СУЛЬФАТ КОБАЛЬТА(II) - КАЛИЯ ГЕКСАГИДРАТ

Синтез выполняется аналогично предыдущему (4.12), только вместо сульфата аммония берется сульфат калия.

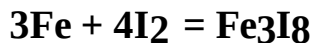
4.14. ТИОСУЛЬФАТ НАТРИЯ ПЕНТАГИДРАТ

В трехгорлую колбу вносят вычисленное количество 15 %-ного раствора гидроксида натрия в расчете на 10–15 г продукта. В этот раствор пропускают ток сероводорода и сернистого газа, регулируя их подачу в соответствии с необходимыми объемными отношениями. Если после начала взаимодействия в реакционной колбе образуется осадок, содержимое колбы осторожно перемешивают. Примерно через 20 мин после начала реакции прекращают подачу сероводорода, продолжая пропускать сернистый газ до нейтральной реакции среды. Затем раствор отфильтровывают в фарфоровую чашку, упаривают на водяной бане до появления на поверхности раствора тонкой кристаллической пленки и охлаждают. Выпавшие кристаллы отделяют на воронке Бюхнера и высушивают между листами фильтровальной бумаги. Полученный продукт взвешивают и переносят в сухую пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

4.15. ИОДИД КАЛИЯ (первый способ)

Существует ряд способов получения иодида калия. В основных из них в качестве исходного компонента используется иод, что имеет определенные ограничения, поскольку расходовать чистый иод для синтеза солей не всегда оправдано.

Иодид калия можно получить из водных растворов при взаимодействии I_2 с железом с образованием Fe_3I_8 - смешанной соли: $FeI_2 \cdot 2FeI_3$ и разлагая последнюю раствором углекислого калия



Для синтеза лучше брать железные опилки. Железные стружки же предварительно выдерживают 5–10 минут в 10 %-ном растворе серной кислоты для удаления ржавчины с поверхности, а затем промывают водой. В колбу вносят йод, железо и воду. Вещества берут в отношении масс 1:1:20. Чтобы получить достаточное для исследования количество иодида калия, рекомендуется брать не менее 10 г йода. Избыток железа необходим для полного связывания йода, поскольку железо медленно реагирует с ним. Реакционную смесь нагревают на водяной бане в колбе с обратным холодильником примерно при температуре 60 °С до полного растворения и связывания йода. Желательно реакционную смесь перемешивать, что можно делать, используя только механическую мешалку. Реакция заканчивается, когда раствор в реакционной колбе обесцветится. После окончания реакции раствор осторожно сливают с непрореагировавшего железа в стакан, нагревают до кипения. В кипящий раствор при перемешивании небольшими порциями вливают 10 %-ный раствор карбоната калия, взятого в мольном отношении к исходной массе йода 1:1. Полученную густую смесь продолжают некоторое время кипятить. По мере осаждения Fe_3O_4 смесь становится жидкой. Осадку дают некоторое время отстояться. Раствор проверяют на полноту осаждения из него $Fe(II)$ и $Fe(III)$. Если полнота ¹⁴⁸осаждения этих ионов не достигнута, к кипящему раствору добавляют еще немного раствора карбоната калия и нагревают. Следят, чтобы при нагревании объем раствора оставался примерно постоянным. После полного осаждения ионов железа раствор отфильтровывают, осадок на фильтре промывают горячей водой 2–3 раза. Промывные воды соединяют с фильтратом. Фильтрат нагревают до сильного кипения, снова фильтруют. В случае окрашивания раствора в него вносят примерно 1 г активированного угля и смесь нагревают в течение 10 минут до температуры 80 °С. Фильтрат упаривают на водяной бане до появления на поверхности его тонкой пленки кристаллов и медленно кристаллизуют (сначала его помещают в теплое место, затем на холоду при 0 °С).

Выделившиеся кристаллы отделяют от маточного раствора на воронке Бюхнера и промывают малым количеством ледяной воды. Промывные воды соединяют с маточным раствором и упаривают для получения дополнительного количества кристаллов. Полученный иодид калия взвешивают и переносят в заранее взвешенную сухую затемненную пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

4.16. ИОДИД КАЛИЯ (второй способ)

Иодид калия можно легко получить, регенерируя осадок иодида меди(I), накапливающийся при иодометрическом определении меди. 200-300 г иодида меди(I) помещают в фарфоровый стакан или чашку емкостью 1–1,5 литра и обрабатывают при нагревании и перемешивании 20 %-ным раствором гидроксида калия, взяв его на 5–7 % меньше, чем требуется по реакции



После того как выпадет красно-бурый осадок оксида меди(I), реакционную смесь кипятят 10 минут. Следят, чтобы реакция раствора была слабощелочной (например, на фильтровальную бумагу наносят каплю 1 %-ного раствора тимолфталейна и каплю испытуемой жидкости, на обратной стороне бумаги должно появиться синее пятно, в противном случае в смесь добавляют немного раствора KOH).

Осадок отфильтровывают. Фильтрат упаривают до объема 300 мл и при 60–70 °С добавляют растертый иод до слабо-коричневой окраски раствора; не прекращая нагревания, раствор насыщают (в вытяжном шкафу) сероводородом и дают отстояться. На следующий день осадок серы и сульфида меди(II) отфильтровывают, промывают водой, фильтрат нагревают до исчезновения запаха сероводорода. Затем раствор кипятят 10–15 минут (до обесцвечивания) с 1–2 г активированного угля и фильтруют. Фильтрат упаривают на водяной бане, добавляют очень немного иода до появления буроватой окраски, которую обесцвечивают, добавляя 2–3 капли 0,1 н раствора тиосульфата натрия. Наконец, раствор упаривают до образования густой кристаллической пленки и оставляют на несколько дней, после чего выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством ледяной воды.

Из маточного раствора можно получить еще значительное количество иодида калия. Весь иодид калия взвешивают и переносят в сухую затемненную пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

4.17. ИОДИД АММОНИЯ (первый способ)

Иодид аммония, как и иодид калия, можно синтезировать, получив вначале промежуточное соединение Fe_3I_8 . Расчеты и методика получения Fe_3I_8 те же, что и при синтезе иодида калия по первому способу.

После окончания реакции взаимодействия железа с иодом раствор осторожно сливают с избытка железа в стакан, нагревают в вытяжном шкафу до 40–50 °С и при перемешивании небольшими порциями добавляют измельченный карбонат аммония, взятый в молярном отношении к исходному количеству иода 1:1. Разложение иодида железа под действием карбоната аммония можно выразить уравнением



Осадку дают возможность отстояться и проверяют раствор на полноту осаждения из него ионов железа (II) и железа (III). Реакция считается законченной, когда при добавлении к отфильтрованной пробе жидкости водного аммиака не выпадает осадок. В противном случае добавляют еще немного карбоната аммония. После отстаивания раствор осторожно фильтруют, осадок на фильтре промывают 2–3 раза водой, промывные воды соединяют с фильтратом. К фильтру добавляют несколько капель концентрированного раствора аммиака до явно ощутимого запаха, фильтрат упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане при температуре не выше 80 °С, перемешивая палочкой и добавляя изредка немного аммиака, чтобы раствор все время имел запах аммиака. При несоблюдении такого условия раствор желтеет. Для удаления окраски в раствор добавляют около 1 г активированного угля, в течение 10 минут смесь нагревают не выше 80 °С. Раствор вновь фильтруют, упаривают до появления пленки на поверхности. Прозрачный и бесцветный раствор охлаждают. Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора на воронке Бюхнера, промывают на фильтре 5–8 мл этилового спирта. Препарат переносят в эксикатор, защищенный от света, и сушат над твердой щелочью при комнатной температуре до поведения кристаллов.

Высушенное вещество быстро взвешивают и переносят в сухую зачерненную пробирку с пробкой. Из маточного раствора можно при упаривании выделить дополнительное количество менее чистого препарата. Рассчитать выход вещества в процентах.

4.18. ИОДИД АММОНИЯ (второй способ)

Собирают несложный прибор. Две капельные воронки, укрепленные вертикально в двух штативах, опускаются параллельно друг другу в стакан. Стакан ставится на магнитную мешалку. В стакан помещают 10 г измельченного иода и в пять раз большее по массе количество воды. Одновременно из двух капельных воронок к смеси добавляют при постоянном перемешивании 20 %-ный раствор аммиака и 30 %-ный раствор пероксида водорода. Аммиак берут в молярном отношении к иоду 5:1. Раствор пероксида водорода добавляют до полного исчезновения окраски, не восстанавливающейся при стоянии раствора в течение примерно 10–15 мин. Чем обусловлена окраска раствора? Раствор упаривают на водяной бане до 1/4 первоначального объема. Образующиеся при упаривании на стенках чашки кристаллы иодида аммония не должны перегреваться. Раствор охлаждают. Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора, тщательно промывают на фильтре 2–3 раза диэтиловым эфиром и сушат в вакуум-эксикаторе. Кристаллы взвешивают и переносят в чистую сухую зачерненную пробирку с пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного. Исследуют свойства полученного вещества.

151

4.19. ТРИИОДИД КАЛИЯ

Методика проведения: при 20–25 °С в насыщенный раствор иодида калия добавляют иод при взбалтывании до насыщения. Затем смесь охлаждают до 0 °С. Выпавшие темно-бурые призматические кристаллы отсасывают через пористый стеклянный фильтр, сушат между листами фильтровальной бумаги и тут же пересыпают в склянку с притертой пробкой. Если при охлаждении кристаллы не выпадают, то раствор помещают в эксикатор над серной кислотой. Трийодид гигроскопичен, плавится при 38 °С, а при 225 °С разлагается на иод и иодид калия.

4.20. ГИДРОКСИД АЛЮМИНИЯ

Какую опасность представляют твердые щелочи и растворы щелочей при работе с ними? Каковы меры предосторожности при работе со щелочами и растворами щелочей? Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при работе с газами?

Методика синтеза. В 30 %-ный раствор гидроксида натрия, взятого с 10%-ным избытком относительно рассчитанного количества, небольшими порциями (почему?) вносят стружки алюминия. После окончания реакции (как определить ее конец?) раствор в случае необходимости фильтруют. Фильтрат переносят в стакан и разбавляют водой примерно в 10 раз. На дно стакана помещают барботёр – изогнутую спиралью стеклянную трубку с отверстиями на верхней части и пропускают через него в течение ~ 1 часа предварительно очищенный углекислый газ. При отсутствии барботёра углекислый газ пропускают через раствор, помещенный в склянку Дрекселя. Как получают углекислый газ? От каких примесей его очищают и с помощью каких веществ? Что выпадает в осадок при пропускании углекислого газа через полученный раствор? Образовавшуюся суспензию осторожно при перемешивании (почему требуется перемешивание?) кипятят 5–10 мин. а затем добавляют к ней примерно равный объем воды. Осадок отфильтровывают, промывают на фильтре горячей водой, сушат при 100–105 °С, взвешивают и переносят в сухую чистую пробирку с заранее подобранной пробкой.

Вычислить выход продукта от теоретически рассчитанного.

Исследование свойств полученного вещества. Испытать отношение полученного вещества к действию кислот (серной, соляной, азотной), разбавленных и концентрированных растворов гидроксида натрия (калия) и аммиака. Отметить наблюдаемые эффекты и объяснить их. Написать уравнения реакций.

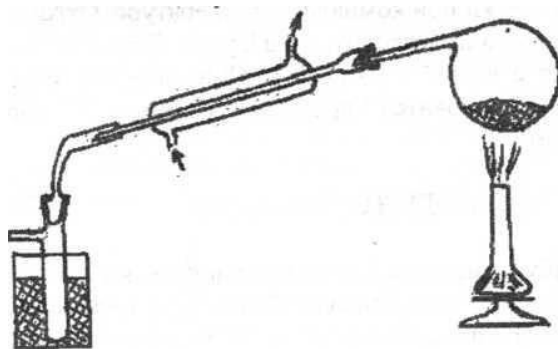
На основании проведенного исследования сделать вывод о кислотно-основных свойствах гидроксида алюминия. Чем объясняется переменное содержание воды в гидроксиде алюминия? Почему при «старении» гидроксида алюминия содержание воды в нем уменьшается? Возможно ли образование гидроксида алюминия постоянного состава? Как по мере «старения» гидроксида алюминия изменяется его реакционная способность?

5. СИНТЕЗЫ В НЕВОДНЫХ СРЕДАХ

5.1. СИНТЕЗЫ В ЖИДКОМ ДИОКСИДЕ АЗОТА

5.1.1. ПОЛУЧЕНИЕ ЖИДКОГО ДИОКСИДА АЗОТА

Он получается в приборе на шлифах. В реторту или колбу помещают смесь сухого нитрата свинца (70–80 г) с песком (20–25 г), которую осторожно нагревают на газовой горелке. Пары NO₂, получающиеся при разложении нитрата свинца, проходят через холодильник и конденсируются в пробирке, охлаждаемой сухим льдом или смесью хлорида натрия со льдом.



Исходные нитрат свинца и диоксид кремния необходимо растереть и высушить в отдельных фарфоровых чашках при 120 °С в сушильном шкафу. Шлифы смазать вакуумной смазкой!

5.1.2. БЕЗВОДНЫЙ¹⁵³ НИТРАТ МЕДИ(II)

Безводный нитрат меди может быть получен по реакции



Синтез проводится в смеси N₂O₄ и этилацетата по следующей методике. Пробирка, заполненная жидкой N₂O₄ (10–15 мл), вместе с аллонжем отсоединяется от прибора и закрывается пришлифованной пробкой. Затем в нее добавляют (10 мл) свежеперегнанный и высушенный над безводным хлоридом кальция этилацетат и 1 г мелко нарезанных медных стружек.

При этом раствор приобретает серо-зеленую окраску, спустя час из него начинают выделяться зеленые кристаллы аддукта. Для более полного протекания реакции пробирка с реагентами выдерживается сутки при комнатной температуре. Для отгонки этилацетата и диоксида азота пробирка отсоединяется от аллонжа и подсоединяется к вакуумному насосу. Отгонка производится при температуре 120–150 °С.

5.1.3. БЕЗВОДНЫЙ ДИОКСОМОНОНИТРАТ ВАНАДИЯ(V)

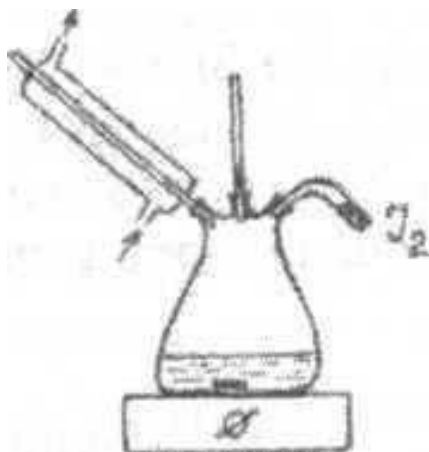
VO_2NO_3 может быть получен по реакции



Синтез его осуществляется в смеси жидкого диоксида азота и ацетонитрила. В реакционную пробирку собирают 10–15 мл N_2O_4 , добавляют 10–12 мл ацетонитрила и 0,5 г металлического ванадия, предварительно измельченного в агатовой ступке. При этом сразу же выпадает осадок грязно-коричневого цвета. Оставить пробирку, закрытую хлоркальциевой трубкой на сутки при комнатной температуре. Отгонка ацетонитрила и диоксида азота производится в вакууме. При этом пробирку поместить в стакан с водой и нагревать. Сине-зеленый исходный раствор при отгонке становится красным. Продукт – порошок кирпично-красного цвета.

5.2. ИОДИД СУРЬМЫ(III)

В трехгорлую колбу поместить 1 г тонкоизмельченной металлической сурьмы и добавить 100 мл бензола. Смесь при перемешивании подогреть на водяной бане до кипения (обогрев закрытой электроплиткой). Затем вместо пробки вставить пробирку и поворотом шлифа внести небольшими порциями 3,5 г кристаллического иода. После внесения всего иода – продолжить нагревание еще в течение одного часа.



Оставить раствор в колбе, и после охлаждения на воздухе выпавшие кристаллы отсосать на стеклянном фильтре № 2 или № 3. Получаются кристаллы коричнево-золотистого цвета.

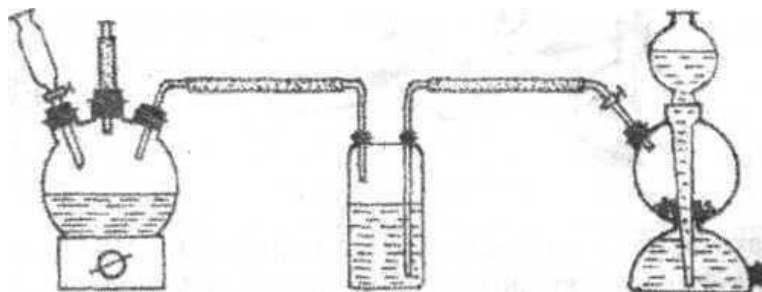
Примечание: Все шлифы перед началом работы смазать вакуумной смазкой. Иод взвешивают в закрытом бюксе и переносят в закрытую пробирку.

6. СИНТЕЗЫ В ИНЕРТНОЙ АТМОСФЕРЕ

6.1. ФОСФАТ ЖЕЛЕЗА(II) ОКТАГИДРАТ

Основными веществами для синтеза октагидрата фосфата железа(II) являются соль Мора (двойная соль сульфата железа(II) и аммония) и гидрофосфат аммония, которые берутся в отношении молей 1 : 0,9.

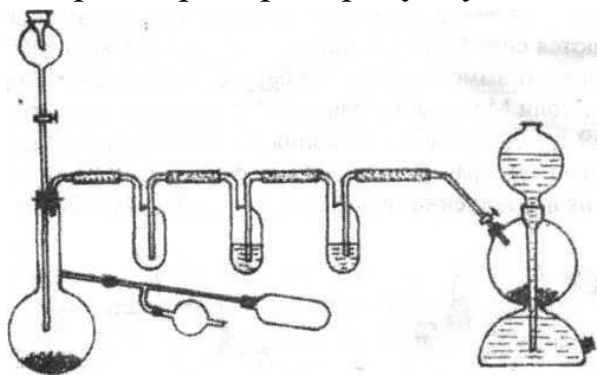
7,84 г соли Мора растворяют в 41 г воды при комнатной температуре и 4,59 г гидрофосфата аммония на 222 мл раствора. Для создания буферного раствора к раствору гидрофосфата аммония¹⁵⁵ добавляют ацетат натрия в отношении молей 1 : 0,9 т.е. 1,8 г CH_3COONa .



Собирают прибор по схеме. В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой и клапаном Бунзена, наливают приготовленный раствор соли Мора и заполняют колбу, соединенную с аппаратом Киппа, углекислым газом. Трубка, подводящая углекислый газ, не должна касаться поверхности раствора. Подача углекислого газа должна быть в пределах одного пузырька в секунду в течение всего синтеза. Через капельную воронку в колбу при постоянном перемешивании постепенно приливают раствор гидрофосфата аммония с ацетатом натрия. После добавления всего раствора реакционную смесь перемешивают еще в течение 30 минут, а затем оставляют для кристаллизации. Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора на воронке Бюхнера, промывают 50%-ным раствором спирта, высушивают между листами фильтровальной бумаги, взвешивают и помещают в чистую сухую пробирку с заранее подобранной пробкой. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически возможного.

6.2. БРОМИД АЛЮМИНИЯ

Около 10–12 г алюминиевой фольги, поверхность которой зачищена наждачной бумагой, нарезать в виде стружки, которую поместить в коническую колбу и залить спиртом. Колбу закрыть корковой пробкой. Собрать прибор по рисунку.



Все шлифы системы смазать концентрированной серной кислотой. Подготовить 3–4 запасные хлоркальциевые трубки, заполнив их фосфорным ангидридом на стеклянной вате. Со стружек алюминия слить спирт и сдать его лаборанту. Алюминий быстро и тщательно просушить между листами фильтровальной бумаги и поместить в колбу Вюрца.

Перед началом синтеза систему продуть в течение 30 минут сухим диоксидом углерода из аппарата Киппа. В капельную воронку при закрытом кране с помощью химической воронки налить рассчитанное количество брома из мерного цилиндра. Необходимое количество брома (плотность 3,1 г/см³) составляет 75 % от теоретически рассчитанного по уравнению реакции:



При наливании брома руки должны быть в перчатках, а лицо закрыто маской. Избегать попадания брома даже на перчатки. Всю посуду из-под брома оставить в вытяжном шкафу для испарения брома. Химическую воронку оставить в капельной воронке (для уменьшения испарения брома). При закрытом стекле вытяжного шкафа открыть кран капельной воронки так, чтобы весь капающий бром успевал прореагировать с алюминием, иначе избыток паров брома испаряется и забивает хлоркальциевую трубку. Во время синтеза тщательно следить за состоянием хлоркальциевой трубки по пропусканию CO₂ в осушительных склянках. Если при открытом кране аппарата Киппа почти прекращается пропускание диоксида углерода, то требуется замена хлоркальциевой трубки, что быстро производится в ходе реакции.

Колбу Вюрца время от времени осторожно обогреть горелкой (при приливании брома возможны вспышки – «горение» алюминия). После приливания последних порций брома осторожно нагреть колбу Вюрца до обесцвечивания реакционной смеси. Продукт собирается на дне колбы в виде прозрачной жидкости, на охлажденных частях реакционного сосуда бромид алюминия образует перламутровый налет. Наклонить колбу Вюрца, повернуть хлоркальциевую трубку отводом вверх, чтобы бромид алюминия при перегонке не забивал его. Начать обогрев колбы. Расплавленный бромид алюминия перегоняется в виде бесцветной жидкости, которая в приемнике затвердевает в белую массу. Возможно окрашивание продукта в желтовато-красный цвет (остатками брома). Следить, чтобы отвод хлоркальциевой трубки был вверх. Приемник после отгонки отсоединить от прибора и закрыть пробкой со шлифом. При сильном загрязнении продукта проводится его очистка. Для этого приемник соединить через переходник с колбой Вюрца, шлифы смазать концентрированной серной кислотой и провести повторную перегонку.

Если продукт подлежит длительному хранению, то его заплавляют в ампулу. Рассчитать выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

7. СИНТЕЗЫ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

7.1. ХРОМАТ КАЛИЯ

Приготовить смесь из тщательно измельченных (защитные очки) гидроксида калия, карбоната калия, нитрата калия и оксида хрома(III).

Гидроксид и карбонат калия брать в соотношении молей 1,8 : 0,72 на каждый моль взятого нитрата калия. (Какова роль карбоната и нитрата калия? Можно ли заменить их другими веществами?) Смесь перенести в железный тигель, его поместить в муфельную печь и нагревать в течение 60 мин при 400 °С. (Почему не рекомендуется греть выше 400 °С?) После окончания нагрева тигель охладить и обработать содержимое его небольшими порциями воды. Что при этом переходит в раствор? Полученный раствор отфильтровать и упарить на водяной бане до появления кристаллической пленки, после чего раствор охладить и отделить осадок на фильтре. С целью очистки хромата от нитрата калия полученный осадок перекристаллизировать и высушить при 105 °С. Взвесить и перенести в сухую пробирку с заранее подобранной пробкой.

Провести исследование свойств полученного вещества:

- 1) Отметить цвет получившихся кристаллов.
- 2) Растворить кристаллы в подкисленном и щелочном водных растворах. Написать реакцию перехода хромат-иона в дихромат-ион.
- 3) Прилить соль бария к водному раствору хромата калия, отметить образование осадка, написать уравнение реакции.
- 4) Подействовать на кристаллы концентрированной серной кислотой, написать уравнение реакции.
- 5) Провести окислительно-восстановительные реакции с хроматом калия в кислой среде. В качестве восстановителей использовать хлорид олова(II), иодид калия, пероксид водорода. Напишите выражения для расчета эквивалентных масс окислителя и восстановителя в данных реакциях.

7.2. МАНГАНАТ(VI) КАЛИЯ

Взвесить и тщательно измельчить (защитные очки) 0,0075 моль оксида марганца(IV) и 0,02 моль гидроксида калия. Тщательно растереть в ступке, соблюдая правила техники безопасности. Приготовленную смесь осторожно перемешать, перенести в железный тигель, поместить в муфельную печь и нагревать в течение 45 мин при температуре 400 °С. Железный тигель не закрываем (почему?). Почему не рекомендуется температура выше 400 °С? После окончания нагрева тигель охладить и обработать содержимое его небольшими порциями воды. Что при этом переходит в раствор? Полученный раствор переносят в заранее приготовленные пробирки для исследования свойств вещества. Какую окраску имеют водные растворы манганат-иона? Устойчив ли манганат калия в стандартных условиях?

Провести исследование свойств полученного вещества.

Для исследования свойств манганата калия заранее готовят 3 пробирки с водными растворами кислоты, щелочи и дистиллированной воды (для сравнения). Добавляют в каждую пробирку по 2–3 капли отфильтрованного раствора манганата и отмечают изменение цвета раствора во времени. Для проведения окислительно-восстановительных реакций можно использовать соли олова(II) или железа(II). Напишите все уравнения реакций и выражения для расчета эквивалентных масс окислителя и восстановителя в данных реакциях.

7.3. ХЛОРИД ОЛОВА(IV)

159

Собрать прибор для получения хлора. (Какие вещества используются для получения хлора? Почему необходимо сушить и очищать хлор?). Его и аппарат Киппа для получения углекислого газа соединить через тройник с реакционным сосудом, которым может служить хлоркальциевая трубка. В нее помещают некоторое количество олова. На выходе реакционный сосуд соединить с приемником через холодильник и аллонж с хлоркальциевой трубкой, к которой присоединена воронка, опущенная в стакан с жидкостью для поглощения избытка хлора (Что брать для поглощения хлора?). Вытеснить из прибора воздух, заполняя его углекислым газом.

Нагревать трубку с оловом через асбест пламенем горелки до расплавления олова, затем пропускать ток сухого хлора. Что наблюдается? Дальнейшее нагревание проводить в том случае, если реакция замедляется. По окончании реакции (как определить ее окончание?) хлор из системы вытеснить сухим углекислым газом. Полученный продукт использовать для изучения свойств.

7.4. ВОССТАНОВЛЕНИЕ МЕТАЛЛОВ ИЗ ИХ ОКСИДОВ ВОДОРОДОМ

Синтез вести в защитной маске!

Водород для восстановления получают в аппарате Киппа, соединенном с кварцевой трубкой через промывные склянки. Какие вещества можно использовать для получения, очистки и осушки водорода?

Отвесить в фарфоровой лодочке ~2 г оксида металла и поместить лодочку в трубку для прокаливания, которая укреплена в наклонном положении. (Зачем?)

Проверить прибор на герметичность. Открыть кран в аппарате Киппа и пропустить ток водорода через прибор. Закрыть отверстие газоотводной трубки, при полной герметичности прибора ни одного пузырька газа не должно проскочить через промывные жидкости.

В присутствии преподавателя проверить водород на чистоту. Как это сделать?

Если воздух из прибора вытеснен, поджечь водород на выходе из трубки и начать нагревание трубки с лодочкой, пропуская водород со скоростью 1–2 пузырька в секунду в течение одного часа. Появление влаги в трубке показывает, что восстановление началось. При этом температура восстановления зависит от природы металла: 350–400 °С для меди, висмута, свинца; 500 °С для олова и кобальта; 600–800 °С для железа и ванадия, 800–900 °С для молибдена и вольфрама.

Для измерения температуры применять термопару, которую нужно поместить вне трубки, в непосредственной близости от лодочки.

Конец процесса химического восстановления металла можно определить по изменению цвета оксида и по образованию металлических корольков.

Если восстановление проводят в прозрачных трубках или поднося холодную и сухую пробирку к отверстию газоотводной трубки, если стенки пробирки не запотевают, значит реакция закончилась. После окончания реакции прибор охладить в токе водорода, отсоединить газоотводную трубку и вынуть лодочку с металлом. Ни в коем случае нельзя разбирать прибор в горячем состоянии. Полученный металл взвешивают, вычисляют его выход.

7.5. ДЕГИДРАТАЦИЯ ХЛОРИДОВ МЕТАЛЛОВ В ТОКЕ ХЛОРОВОДОРОДА

Собрать прибор для получения сухого хлороводорода и присоединить к нему трубку для прокаливания, установленную наклонно. Опыт проводить под тягой!

Кристаллогидрат желательно предварительно просушить, поместив его в фарфоровую чашку и осторожно нагревая на песчаной бане до плавления (что плавится?), затем медленно повышая температуру, нагреть до 100–120 °С. Полученную твердую массу после охлаждения растереть. Лодочку с кристаллогидратом поместить в середину трубки для прокаливания. Проверить прибор на герметичность. Током сухого хлороводорода вытеснить воздух из прибора и, отрегулировав скорость поступления хлороводорода, нагревать трубку, постепенно повышая температуру. Максимальная температура нагревания для различных хлоридов различна. Чем она обусловлена? После окончания реакции (как в этом убедиться?) трубку прогреть по всей длине для удаления следов влаги, затем охладить в атмосфере хлороводорода. После охлаждения лодочку вынуть из трубки и быстро перенести соль в бюкс.

8. СИНТЕЗЫ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

8.1. АММИАК ЖИДКИЙ

Работать под тягой, в защитных очках. Собрать прибор, состоящий из круглодонной колбы вместимостью около 0,5 л, соединенной последовательно с обратным холодильником и осушительной колонкой, длиной 40-50 см и заполняется, не слишком плотно, оксидом кальция.

Оксид кальция лучше нанести на стеклянную вату. Осушительная колонка резиновой трубкой соединяется со стеклянной трубкой, которая опускается почти до дна пробирки, закрепленной в сосуде Дьюара с жидким азотом (использовать для охлаждения жидкий воздух или кислород нельзя, возможен взрыв!). Дно пробирки во время конденсации аммиака должно быть вблизи поверхности жидкого азота, но не касаться ее, тогда аммиак получится жидким (если пробирка опущена в азот, аммиак закристаллизуется, а пробирка может лопнуть от сильного охлаждения).

В колбу с обратным холодильником налить 20–30 мл концентрированного водного раствора аммиака и нагревать. Основная часть паров воды конденсируется в обратном холодильнике, а остатки поглощаются в колонке. Сухой аммиак конденсируется в пробирке. Когда его наберется около 1 мл, прекратить нагревание и убрать стеклянную трубку из пробирки. В жидкий аммиак бросить маленький, приблизительно с половину спичечной головки, кусочек очищенного от окислов металлического натрия. Наблюдать растворение натрия в аммиаке с образованием окрашенного раствора. Подняв пробирку повыше от поверхности азота, дать постепенно испариться аммиаку, причем натрий остается на стенках пробирки. Пробирку подержать на воздухе, а потом осторожно залить водой для удаления остатков натрия.

8.2. КАРБОНАТ ЦИНКА

Приготовить два раствора: 700 мл 0,1 н раствора сульфата цинка и 300 мл 0,1₁₆₂ н раствора гидрокарбоната калия. Охладить оба раствора до температуры 0–3 °С, при этом раствор гидрокарбоната калия насытить диоксидом углерода, пропуская его при помешивании из аппарата Киппа (или из баллона). Вместо гидрокарбоната калия можно приготовить раствор гидроксида калия, в этом случае насыщение диоксидом углерода происходит дольше, газ следует пропускать через воронку, опущенную верхним краем на 3–5 мм в охлажденный раствор.

Прилить раствор гидрокарбоната калия к раствору сульфата цинка, выпавший аморфный осадок карбоната цинка для укрупнения частиц выдержать под раствором 3–4 дня в холодильнике при температуре 10 °С.

Затем осадок выдержать еще 2–3 дня при комнатной температуре. Получившийся мелкокристаллический осадок промыть 6–8 раз декантацией водой для удаления сульфат-ионов, отсосать, промыть на фильтре и сушить при температуре не выше 110 °С.

Получить среднюю соль довольно трудно, она часто содержит примеси основной соли.

8.3. ГИДРОКСИД НИКЕЛЯ(III)

Приготовить насыщенный (приблизительно 60 % по массе) раствор хлорида никеля(II) из гексагидрата соли. Последнюю взять в соответствии с уравнением реакции, исходя из заданной массы синтезируемого вещества. Приготовить необходимое для реакции количество 30 %-го раствора гидроксида натрия. Окисление никеля производится раствором гипохлорита натрия, которого берется по объему в 2 раза больше, чем раствора хлорида никеля(II). Для приготовления раствора гипохлорита натрия к 50 %-ному раствору гидроксида натрия добавляют измельченный лед в массовом отношении 1:2 и смесь охлаждают до температуры минус 10 °С. В охлажденную смесь пропускают очищенный пропусканием через промывную склянку с водой хлор. Хлор можно получать при взаимодействии перманганата калия с концентрированной хлороводородной кислотой в приборе, состоящем из колбы Вюрца с капельной воронкой. Хлор пропускают до образования густой сиропообразной массы (около 30 минут). Затем сливают вместе растворы гипохлорита натрия, хлорида никеля(II) и гидроксида натрия, смесь перемешивают несколько минут и проверяют полноту окисления никеля(II). Если не весь никель окислился, то через смесь следует пропускать некоторое время ток хлора. Выпавший осадок отделяют, промывают горячей водой до отрицательной реакции промывных вод на хлорид-ионы, сушат при 120–130 °С, взвешивают и вычисляют выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

9. ЭЛЕКТРОСИНТЕЗЫ

9.1. ХЛОРАТ КАЛИЯ

Соблюдайте меры предосторожности при работе со взрывоопасными веществами. Работу проводите в вытяжном шкафу!

Электросинтез проводят в стеклянном электролизере объемом около 100 мл с платиновыми электродами. Готовят 50 мл раствора хлорида калия насыщенного при 25 °С (10 г соли в 50 мл воды) и заливают его в электролизер. Электролизер ставят на магнитную мешалку с нагревом. Платиновые электроды подключают к выпрямителю и пропускают постоянный ток силой 1–2 А и напряжением около 2,5 В. Сила тока зависит от объема, площади электродов, концентрации раствора, температуры и параметров электролизера. Электролиз проводят при температуре 70 °С в течение 30 минут. Температуру поддерживать постоянной периодическим отключением обогрева. По истечении указанного времени электролиз прекращают. Написать уравнения протекающих при электролизе реакций. Образовавшийся при электролизе осадок отделяют от электролита фильтрованием на воронке Бюхнера, тщательно отсасывая раствор, затем сушат при комнатной температуре.

Вычислить выход хлората калия в процентах от теоретически рассчитанного.

9.2. РОДАНИД МЕДИ(I)

¹⁶⁴Электросинтез проводят с медными электродами в стеклянном электролизере объемом 500 мл. Анод помещают в середину электролизера, два катода – по сторонам его.

В электролизер заливают 200 мл электролита состава: 200 г/л хлорида натрия, 10 г/л роданида калия и 5 г/л соляной кислоты. Электролизер помещают в водяную баню. Электроды подключают к выпрямителю и пропускают постоянный ток силой ~5 А и напряжением ~1 В. Электролиз проводят при температуре 60 °С в течение 30 минут. В процессе электролиза добавляют (из укрепленных над электролизером бюреток) по 0,4 мл в минуту концентрированную соляную кислоту и концентрированный (400 г/л) раствор роданида калия (зачем?).

По истечении указанного времени электролиз прекращают.

Какую роль в процессе электролиза играет каждый компонент электролита?

Написать уравнения протекающих при электролизе реакций.

Образовавшийся при электролизе осадок отделяют от электролита, несколько раз промывают методом декантации, переносят на воронку Бюхнера, тщательно отсасывают и сушат при температуре 105 °С.

Вычислить выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

9.3. СОЕДИНЕНИЯ ХРОМА(III)

Соблюдайте меры предосторожности при работе с ядовитыми веществами. Работу проводите в вытяжном шкафу.

Электролиз проводят в стеклянном электролизере с платиновыми электродами. Соотношение анодной и катодной поверхностей не менее чем 1:2. Готовят смесь электролита объемом 50–75 мл следующего состава: 200–250 г/л CrO_3 , 2–2,5 г/л H_2SO_4 .

Электролит заливают в электролизер. Электролизер ставят на магнитную мешалку с нагревом. Электроды подключают к источнику постоянного тока. (Следить за правильным подключением электродов!).

Электролиз проводить при температуре 40–50 °С в течение 30 минут при напряжении 6 В и плотности тока 5–10 А/дм². Наблюдать изменение окраски электролита. Затем 35 мл полученного раствора отбирают в отдельный стакан, разбавляют до 50 мл водой, вводят разбавленный раствор аммиака до появления легкой мути. Через 5–10 минут приливают еще 10 мл 10 %-ного раствора аммиака. Что наблюдается? Выделившийся осадок (каков его состав?) отфильтровывают, промывают водой, сушат при 100 °С.

9.4. ОКСИД МЕДИ(I)

Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при работе с электрическим током?

Методика синтеза. Электросинтез ведут в стеклянном электролизере объемом ~500 мл с медными электродами. Готовят и наливают в электролизер 200–250 мл раствора электролита состава: 1 моль/л NaCl и 0.25–0.5 г/л $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

В присутствии дихромата калия уменьшаются потери, связанные с образованием на катоде губчатой меди. Доводят рН раствора до рН=10 добавлением щелочи. Электролизер с раствором помещают на водяную баню и нагревают до температуры 80 °С. После этого электроды подключают к выпрямителю и пропускают в течение 30 минут электрический ток силой 1–2 ампера. Написать уравнения реакций, которые могут протекать при этом. Почему рекомендуется вести электролиз при рН>7? Какой процесс может протекать в кислом растворе? После окончания процесса осадок отделяют, промывают водой, сушат на воздухе и взвешивают.

Выход продукта вычисляют по формуле:

$\eta = (m/q \cdot I \cdot t) \cdot 100(\%)$, где m – масса полученного вещества, I – сила тока, t – время, q – электрохимический эквивалент вещества.

Исследование свойств полученного вещества. Отметить цвет вещества. Чем объяснить возможность образования осадка разного цвета (от коричневого до карминно-красного)? Испытать, что происходит с ним при нагревании. Испытать отношение его к действию концентрированных и разбавленных кислот (соляной, серной, азотной), концентрированных растворов аммиака и щелочи. Отметить наблюдаемые эффекты и объяснить их. Написать уравнения реакций.

10. СИНТЕЗЫ МЕТОДОМ ИОННОГО ОБМЕНА

10.1. ХЛОРО-, БРОМО-, ИОДОВОДОРОДНЫЕ КИСЛОТЫ

166

Готовят 50 мл 0,1 М раствора галогенида щелочного металла. Полученный раствор переносят в стакан объемом 100 мл и добавляют к нему 30–40 г набухшего, влажного катионита КУ-2. Полученную смесь перемешивают магнитной мешалкой до достижения постоянного значения рН раствора. Измерение рН раствора проводят на рН-метре с точностью до 0,1 ед. рН, отбирая пробы через каждые 15 минут. Для каждого измерения отбирают раствор пипеткой по объему не более 0,5 мл и добавляют к нему 20 мл воды. После достижения постоянного значения рН раствор отфильтровывают от ионита (последний сдают лаборанту) и определяют концентрацию полученного раствора кислоты методом титрования.

10.2. АЛКИЛАММОНИЕВЫЕ ОСНОВАНИЯ

Готовят 50 мл 0,1 М раствора бромида алкиламмония. Дальнейший ход работы – как в предыдущей работе 10.1, только вместо катионита берут анионит.

11. СИНТЕЗЫ В ВОДНОМ РАСТВОРЕ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ РАСТВОРИМЫХ ВЕЩЕСТВ

11.1. КАРБОНАТ КОБАЛЬТА(II)

Чистый препарат без примеси основного карбоната можно получить, осаждая карбонат кобальта(II) из раствора нитрата кобальта(II):



Исходную соль кобальта(II) и гидрокарбонат натрия берут в молярном отношении 1:1,2.

Рассчитать количества исходных веществ, необходимых для получения 3–5 г карбоната кобальта(II), полагая, что выход продукта не менее 50 % от теоретического.

В коническую колбу наливают 40 %-ный раствор соли кобальта(II) и быстро добавляют к нему насыщенный раствор гидрокарбоната натрия. Колбу закрывают пробкой со вставленным в нее клапаном Бунзена (каково его назначение?). Реакционную смесь перемешивают магнитной мешалкой в течение 10–15 минут. Выпавший осадок отсасывают на воронке Бюхнера, промывают водой до нейтральной реакции, сушат при 35–40 °С, взвешивают и помещают в банку. Рассчитывают выход продукта в процентах от теоретически возможного.

11.2. ОКСАЛАТ МАРГАНЦА(II)

Приготовить насыщенные при температуре 60 °С растворы щавелевой кислоты и перманганата калия. Перманганат калия берется в количестве, отвечающем уравнению реакции:



А щавелевая кислота – с 40–50 %-ным избытком по отношению к рассчитанному количеству.

Затем к насыщенному при 60 °С раствору щавелевой кислоты приливают при постоянном перемешивании по каплям насыщенный при той же температуре раствор перманганата калия. Можно ли изменить порядок сливания растворов? Почему берется избыток кислоты? Полученную смесь переносят в колбу, закрывают ее пробкой, в которую вставлен клапан Бунзена, и оставляют на некоторое время. Выпавший осадок промывают несколько раз водой методом декантации, затем отсасывают на воронке Бюхнера, сушат при температуре не выше 100 °С (почему?), переносят в сухой взвешенный бюкс. Бюкс с солью взвешивают. Рассчитывают выход продукта реакции в процентах от теоретически возможного.

11.3. НИТРАТ НИКЕЛЯ(II) ГЕКСАГИДРАТ

Готовят насыщенный при комнатной температуре раствор сульфата (или хлорида) никеля(II) и 20 %-ные растворы гидроксида натрия (или калия) и азотной кислоты. К приготовленному насыщенному раствору соли никеля добавляют при перемешивании 20 %-ный раствор гидроксида натрия (или калия), взятый с 10 %-ным избытком относительно рассчитанного. Почему рекомендуется брать избыток щелочи? Выпавший осадок промывают теплой водой на воронке Бюхнера до полного удаления сульфат- (или хлорид-) ионов. Как проверить полноту их удаления? Осадок переносят в фарфоровую чашку и добавляют при перемешивании

20 %-ный раствор азотной кислоты, взятый в 20 %-ном избытке относительно рассчитанного количества. После окончания реакции (каким образом определить ее конец?) раствор упаривают на водяной бане до начала кристаллизации и охлаждают. Выпавшие кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством ледяной воды, сушат между листами фильтровальной бумаги (почему рекомендуется такой метод сушки?), взвешивают и помещают в плотно закрывающуюся банку. Вычисляют выход продукта в процентах от теоретически возможного.

11.4. ГЕКСАХЛОРОСТАНАТ(IV) АММОНИЯ (ИЛИ КАЛИЯ)

Готовят 60 %-ный раствор хлорида олова(IV) в концентрированной соляной кислоте. К полученному раствору приливают раствор хлорида аммония или калия, насыщенный при 30 °С, который берут с 10 %-ным избытком относительно вычисленного по уравнению реакции. Полученный раствор охлаждают льдом, выпавший осадок отсасывают и промывают на фильтре небольшим количеством 10 %-ной соляной кислоты, охлажденной до 0 °С (почему нельзя промывать водой?), отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат на воздухе. Полученный продукт переносят в предварительно взвешенный бюкс и вновь взвешивают. Рассчитывают выход продукта в процентах от теоретически возможного.

11.5. КВАСЦЫ ХРОМОВЫЕ (КАЛИЙ - ХРОМ(III) СУЛЬФАТ)

Температура исходных растворов и реакционной смеси на протяжении всего процесса взаимодействия веществ должна поддерживаться в интервале около 0 °С.

К охлажденному 12 %-ному раствору дихромата калия осторожно приливают полуторное, по сравнению с вычисленным по уравнению реакции:



количество концентрированной серной кислоты (плотностью 1,8 г/см). Смесь охлаждают и при постоянном перемешивании вводят в нее по каплям необходимое количество этилового спирта (какова его роль в данной реакции?) до полного изменения окраски раствора. Конец реакции определяют по прекращению образования уксусного альдегида (по его запаху) и изменению окраски раствора, который становится сине-фиолетовым. Раствор оставляют на продолжительное время для кристаллизации. Выделившиеся кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают небольшим количеством ледяной воды и сушат между листами фильтровальной бумаги. Почему рекомендуется такой способ сушки? Вещество взвешивают, рассчитывают выход в процентах от теоретически возможного. Почему данный продукт подлежит хранению в плотно закрытой банке?

11.6. ХЛОРИД ГЕКСААММИННИКЕЛЯ(II)

25 г семиводного сульфата никеля(II) растворяют в возможно меньшем количестве воды и приливают 24 %-ный раствор аммиака (примерно 50 мл) до полного растворения выпавшего осадка гидроксида никеля. Смесь взбалтывают и оставляют стоять несколько часов.

Соли никеля содержат примеси железа и других металлов. При действии аммиака образуется комплексная соль никеля, а также выпадает осадок гидроксида железа и других металлов. Раствор фильтруют. Если на поверхности фильтрата есть бурая пленка, то раствору дают еще постоять. К прозрачному фильтрату прибавляют 12,5 г хлорида аммония. Выпадает осадок комплексной соли – хлорида гексаамминникеля(II).

Кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера, промывают аммиачным раствором хлорида аммония (5 г хлорида аммония растворяют в 25 мл аммиака), затем 2–3 раза спиртом. Кристаллы сушат при 50–60 °С, взвешивают, рассчитывают выход. Кристаллы хранят в плотно закрывающейся банке.

11.7. КАРБОНАТ - ГИДРОКСИД МЕТАЛЛА(II)

При взаимодействии карбоната натрия с солями некоторых металлов (цинка, магния, меди, никеля, кобальта и других) вследствие гидролиза образуются не средние, а основные соли переменного состава. Состав этих солей $x\text{MCO}_3 \cdot y\text{M}(\text{OH})_2$ зависит от соотношения соли металла и карбоната натрия при синтезе и от условий синтеза (температуры, концентрации растворов и др.).

Для синтеза взять 0,05 моль соли указанного преподавателем металла и соответствующее число молей карбоната натрия, исходя из заданного соотношения: соль металла/карбонат натрия. Навески обеих солей растворить в воде в отдельных стаканах в 200 мл воды, растворы нагреть до кипения, затем осторожно и медленно слить при непрерывном перемешивании, не нагревая в момент смешения. Стакан с раствором и осадком выдержать около часа в кипящей водяной бане. Затем промыть осадок декантацией горячей водой, отсосать на воронке Бюхнера, промыть несколько раз горячей водой, поместить в чашку и высушить в сушильном шкафу при температуре 110–120 °С.

Для определения состава полученного продукта взять точную навеску высушенного продукта ($\sim 0,5$ г), поместить в одно колено сосуда Ландольта (можно вместе с кусочком кальки, в которую неплотно завернута навеска). В другое колено осторожно налить соляную кислоту (разбавленную 1:1). Сосуд Ландольта присоединить к прибору, состоящему из бюретки на 100 см³ и уравнивательной склянки, заполненных насыщенным раствором хлорида натрия, в котором диоксид углерода нерастворим. Совместить уровни раствора в бюретке и уравнивательной склянке, отметить положение мениска в бюретке. Наклонить сосуд Ландольта так, чтобы кислота прилилась к навеске соли. Когда вся соль растворится, снова уравнивать мениски раствора в бюретке и склянке и отметить показания бюретки. Привести объем выделившегося газа к нормальным условиям, отметив температуру в комнате и атмосферное давление (парциальное давление пара воды над насыщенным раствором хлорида натрия составляет около 0,8 давления насыщенного пара над чистой водой при той же температуре). На основании найденного объема CO₂ рассчитать состав и вывести формулу синтезированного продукта.

11.8. СУЛЬФАТ ТЕТРААММИНМЕДИ(II)

В стакан с 20 г медного купороса приливают 70 мл 10 %-ного раствора аммиака. В цилиндр наливают приблизительно 70 мл этилового спирта, под слой спирта с помощью воронки наливают воду (слой высотой примерно ~ 2 см), а под слой воды также, с помощью воронки заливают аммиачный раствор сульфата меди (II). Постепенно образуются крупные темно-синие кристаллы $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$ (если налить спирт непосредственно на раствор соли меди, то образуются мелкие кристаллы). Раствору дают постоять, лучше раствор убрать в холодильник. Кристаллы извлекают из цилиндра, тщательно отжимают между листами фильтровальной бумаги, высушивают при температуре 30–40 °C и взвешивают. Рассчитывают выход соли. Кристаллы хранят в плотно закрывающейся банке.

11.9. МЕТАВАНАДАТ АММОНИЯ

Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при выполнении синтеза, если реакция взаимодействия между веществами протекает в водном растворе и сопровождается интенсивным выделением газа?

Готовят 12 %-ный раствор карбоната натрия, нагревают его до кипения и вносят в него небольшими порциями (почему?) оксид ванадия(V). Вещества берут в отношении молей соответственно 1,2 : 1. После прекращения выделения углекислого газа, если раствор имеет синюю окраску, к нему добавляют по каплям разбавленный раствор перманганата калия до исчезновения окраски. При этом происходит окисление ванадия(IV), содержащегося в качестве примеси в оксиде ванадия(V). Полученную суспензию фильтруют несколько раз через один и тот же фильтр (почему?) до тех пор, пока фильтрат не станет прозрачным. Какой фильтр и какой прибор для фильтрования можно применять в данном случае? Осадок промывают водой до отрицательной реакции в промывных водах на ванадат-ион (проба фильтрата, подкисленная раствором серной кислоты (~6 н H_2SO_4), не должна давать желтого окрашивания с пероксидом водорода). С какой целью промывается осадок, который в дальнейшем не используется для получения заданного вещества?

Собирают промывные воды, соединяют их с ранее полученным раствором (зачем?), нагревают до 60 °С и в горячий раствор добавляют такое количество 37.5 %-ного раствора хлорида аммония, чтобы на каждый моль первоначально взятого оксида ванадия(V) приходилось по $10\frac{1}{2}$ моль хлорида аммония. Выпавшие после охлаждения раствора кристаллы метаванадата аммония отделяют (как это сделать?), промывают небольшими порциями холодной воды до отрицательной реакции в промывных водах на хлорид ионы, сушат между листами фильтровальной бумаги или на воздухе и взвешивают.

Вычислить выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

Исследование свойств полученного вещества. Отметить цвет кристаллов, при возможности рассмотреть их под микроскопом. Испытать отношение полученного вещества к действию воды на холоде и при нагревании. Определить рН раствора.

Испытать полученное вещество к действию концентрированных и разбавленных кислот (соляной, серной), щелочи, подкисленного раствора иодида калия, щелочного раствора пероксида водорода. Что происходит с метаванадатом при нагревании? Отметить наблюдаемые эффекты и объяснить их. Написать уравнения реакций.

С учетом проведенного исследования сделать вывод о степени гидролизуемости соли, ее термической устойчивости, окислительно-восстановительных свойствах. Как зависит состав ванадата, образующегося в растворе, от концентрации и pH раствора?

11.10. ДЕКАГИДРАТ СУЛЬФАТА НАТРИЯ

Меры предосторожности при выполнении синтеза. Какую опасность представляет при работе с нею концентрированная серная кислота? Какие правила следует соблюдать при смешивании концентрированной серной кислоты и воды в ходе приготовления раствора этой кислоты? Каковы меры первой помощи при ожогах серной кислотой? Как избежать возможного выброса реакционной смеси при проведении реакции взаимодействия карбоната натрия с серной кислотой?

Методика синтеза. К определенному количеству насыщенного при комнатной температуре раствора карбоната натрия (как приготовить этот раствор?) небольшими порциями добавляют 2 н раствор серной кислоты (как его приготовить?) до слабокислой реакции (как определить реакцию среды?). О чем свидетельствует слабокислая реакция среды? Какую среду и почему имел исходный раствор карбоната натрия? Почему среда не должна быть сильнокислой? Полученный раствор нагревают до кипения, а затем упаривают досуха. Как следует вести упаривание? К полученной соли добавляют воду в расчете 11–12 молей воды на 1 моль соли. Почему рекомендуется такое соотношение веществ? Эту смесь нагревают до полного растворения соли, и затем полученный раствор охлаждают. Образовавшийся осадок отделяют от маточного раствора (как это сделать?) и сушат между листами фильтровальной бумаги. Как осуществить эту операцию? Почему рекомендуются такие условия сушки? Вещество быстро взвешивают и переносят в сухую чистую пробирку с заранее подобранной пробкой. Вычислить выход продукта в процентах от теоретически рассчитанного.

Хранят декагидрат сульфата натрия в плотно закрытых склянках.

Исследование свойств полученного вещества.

Отметить цвет вещества.

Рассмотреть под микроскопом форму кристаллов. Для этой цели удобнее брать не твердое вещество, а каплю его насыщенного раствора.

Провести качественную реакцию на сульфат-ионы. Наблюдать окраску пламени спиртовки в присутствии полученной соли. Испытать, что происходит с веществом при хранении на воздухе. Чем объясняется способность одних кристаллогидратов выветриваться, а других расплываться на воздухе? Что происходит с полученным веществом при нагревании? С учетом того, что полученный кристаллогидрат относят к числу соединений включения, объяснить, как связана с ним вода. Какова термическая устойчивость подобных кристаллогидратов? Известны ли кристаллогидраты сульфата натрия с другим содержанием воды? Испытать отношение вещества к воде. Каково значение pH раствора?

Чем объяснить, что в отличие от серной кислоты соли ее не проявляют окислительных свойств в растворе за счет S^{+6} ? Написать структурные формулы молекулы серной кислоты и сульфат-иона. Какова их пространственная конфигурация?

Демонстрационный эксперимент. Продемонстрировать особенности кристаллизации декагидрата сульфата натрия из пересыщенного раствора Na_2SO_4 . Для этой цели приготовить пересыщенный раствор сульфата натрия, медленно нагрев твердую соль (взять ее у лаборанта) в демонстрационной пробирке и медленно охладив затем полученный раствор. Пробирку при этом осторожно закрыть ватой. Внести в охлажденный расплав маленький кристаллик соли. Что наблюдается?

Определить температуру плавления полученного кристаллогидрата и количество содержащейся в нем воды.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ключников Н.Г. Неорганический синтез / Н.Г. Ключников. – М.: Просвещение, 1988. – 240 с.
2. Карякин Ю.В. Чистые химические вещества / Ю.В. Карякин, И.И. Ангелов. – М.: Химия, 1974. – 408 с.
3. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред. Г. Брауэра. – Т. 1: Методы препаративной химии. – М.: Мир, 1985. – 320 с.
4. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред. Г. Брауэра. – Т. 2: Элементы и соединения. – М.: Мир, 1985. – 338 с.
5. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред. Г. Брауэра. – Т. 3: Элементы и соединения (продолжение). – М.: Мир, 1985. – 392 с.
6. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред. Г. Брауэра. – Т. 4: Элементы и соединения (продолжение). – М.: Мир,

1985. – 447 с.

7. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред. Г. Брауэра. – Т. 5: Элементы и соединения (продолжение). – М.: Мир, 1985. – 360 с.

8. Руководство по неорганическому синтезу: в 6-ти томах / под ред.

Г. Брауэра. – Т. 6: Особые группы соединений. – М.: Мир, 1986. – 360 с.