



Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»

Кафедра химии

Е.В. Тарасюк
А.А. Луговая
Л.Г. Коляда

НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ

*Утверждено Редакционно-издательским советом университета
в качестве практикума*

Магнитогорск
2023

УДК 546(076.5)
ББК 24.117я73
Т 191

Рецензенты:

кандидат педагогических наук, директор
филиала ОАНО ВО «Московский психолого-социальный
университет» в г. Магнитогорске,
Л.Л. Власюк

кандидат химических наук, доцент кафедры металлургии и
химических технологий ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный
Технический университет им. Г.И. Носова»
С.А. Крылова

Тарасюк Е.В., Луговая А.А., Коляда Л.Г.

Неорганический синтез [Электронный ресурс] : практикум / Елена Владимировна Тарасюк, Алена Александровна Луговая, Людмила Григорьевна Коляда; ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова». – Электрон. текстовые дан. (1,82 Мб). – Магнитогорск: ФГБОУ ВО «МГТУ», 2023. – 1 CD-ROM. – Систем. требования: IBM PC, любой, более 1 GHz ; 512 Мб RAM; 10 Мб HDD; MS Windows XP и выше; Adobe Reader 8.0 и выше ; CD/DVD-ROM дисковод; мышь. – Загл. с титул. экрана.

Практикум составлен в соответствии с программой дисциплины «Неорганический синтез». В практикум включены лабораторные работы по неорганическому синтезу. Даются основные сведения по технике безопасности, работе с химической посудой и оборудованием, а также основных операциях, использующихся в ходе синтеза. После каждой работы приведены контрольные вопросы для их защиты. В заключении приведены контрольно-измерительные материалы для текущего и итогового контроля.

Практикум предназначен для студентов направления подготовки 44.03.05 Педагогическое образование (с двумя профилями подготовки) и может быть полезно для аспирантов, бакалавров и магистров, интересующихся химией.

УДК 546(076.5)
ББК 24.117я73
Т 191

© Тарасюк Е.В., Луговая А.А., Коляда Л.Г. 2023
© ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный
технический университет им. Г.И. Носова», 2023

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	4
1 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ В ЛАБОРАТОРИИ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА	6
2 ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА	10
3 ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ.....	18
4 ЛАБОРАТОРНЫЕ ПРИЕМЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В НЕОРГАНИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ.....	22
4.1 Приготовление растворов	22
4.2 Приёмы нагревания и охлаждения	24
4.3 Получение веществ в крупнокристаллическом виде	27
4.4 Высушивание твердых веществ.....	29
4.5 Очистка веществ.....	30
4.6 Общие приемы работы с газообразными веществами	32
5 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	38
Лабораторная работа № 1 Получение водорода.....	38
Лабораторная работа № 2 Элементы первой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	41
Лабораторная работа № 3 Элементы второй группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	42
Лабораторная работа № 4 Элементы третьей группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	45
Лабораторная работа № 5 Элементы четвертой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	47
Лабораторная работа № 6 Элементы пятой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	49
Лабораторная работа № 7 Элементы шестой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	50
Лабораторная работа № 8 Элементы седьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	53
Лабораторная работа № 9 Элементы восьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева.....	55
6 КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ	58
6.1 Примеры контрольных задач.....	58
6.2 Тестовые задания для проведения итоговой аттестации	60
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	65
ГЛОССАРИЙ	66
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	68
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	69

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее учебное пособие предназначено для студентов, обучающихся по направлению 44.03.05 Педагогическое образование (с двумя профилями подготовки), профиль: Химия и биология.

Целью освоения дисциплины «Неорганический синтез» является формирование и развитие знаний, умений и навыков по теоретическим и экспериментальным основам неорганической химии; формирование навыков самостоятельной экспериментальной работы и выполнения операций по получению, очистке неорганических соединений.

«Неорганический синтез» относится к обязательным дисциплинам вариативной части ООП. Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетные единицы.

В ходе изучения дисциплины «Неорганический синтез» формируются следующие профессиональные компетенции:

УК-1 Способен осуществлять поиск, критический анализ и синтез информации, применять системный подход для решения поставленных задач;

ОПК-8 Способен осуществлять педагогическую деятельность на основе специальных научных знаний.

В практикуме приведены теоретические основы синтеза, выделения и очистки неорганических соединений, а также подробные рекомендации по выполнению лабораторных работ и оформлению отчета.

Синтезы представлены в порядке расположения входящих в их состав элементов в периодической системе химических элементов Д. И. Менделеева (от первой к восьмой группе).

Методика синтеза неорганического соединения – это совокупность приемов, позволяющих получить заданное вещество. На практике используются 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). Например, так получают гексахлороп्लомбаты, пероксид натрия и др.

В результате освоения дисциплины «Неорганический синтез» обучающийся изучит основные методы синтеза, выделения и очистки неорганических соединений; научится выбирать оптимальный путь синтеза неорганических соединений; овладеет навыками постановки эксперимента, анализа и оценки лабораторных исследований.

1 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ В ЛАБОРАТОРИИ НЕОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

Работа в химической лаборатории связана с опасностью, поскольку многие вещества в той или иной степени ядовиты, огнеопасны и взрывоопасны.

Опыт показывает, что большинство несчастных случаев, происходящих в лаборатории, является следствием небрежности и невнимательности работающих. Возможность несчастных случаев может быть исключена при выполнении всех мер предосторожности.

Обычно характер предупредительных мер, обеспечивающих безопасность проведения эксперимента, зависит от вида работы. Однако существуют общие правила, выполнение которых обязательно для каждого работающего в лаборатории, независимо от того, какой эксперимент он проводит. Кроме того, необходимы навыки работы со стеклянной посудой.

Общие правила

1. До начала занятия необходимо внимательно ознакомиться с темой работы, используя методические пособия, учебник и конспект лекций. Каждая химическая операция требует осторожности и внимания экспериментатора, так как даже самый безобидный опыт может повлечь тяжелые последствия при небдуманном его выполнении. Работа в лаборатории только тогда продуктивна, когда выполняется сознательно, с пониманием теоретического ее содержания.

2. Все наблюдения и выводы по экспериментальной работе следует заносить в рабочий журнал, являющийся документом, отражающим всю работу студента. Записи в журнале производят лаконично, аккуратно, непосредственно после проведения опыта. Категорически запрещается иметь черновики. Необходима аккуратная зарисовка применяемых приборов или их схемы. Все расчеты должны производиться в журнале.

3. В химической лаборатории следует работать в халате. В лаборатории запрещается снимать и развешивать верхнюю одежду, громко разговаривать, принимать пищу, включать и выключать рубильники и трогать приборы, не относящиеся к данной работе.

4. Рабочее место надо содержать в чистоте, не загромождая его предметами, не относящимися к данной работе. Реактивы, пролитые и рассыпанные на столе или на полу, следует тотчас же убрать и нейтрализовать.

5. Лишние книги и тетради не должны находиться на рабочем столе. Портфели, сумки и другие вещи необходимо помещать в специально отведенные места в лаборатории.

6. Методические пособия, необходимые для работы, рабочий журнал следует оберегать от попадания на них воды кислот, щелочей и других химических реактивов.

7. Реактивы, предназначенные для общего пользования, нельзя уносить на свое рабочее место. Чтобы не спутать пипетки, применяемые для взятия реактивов, и пробки от склянок, после взятия требуемого количества реактива сле-

дует немедленно возвращать их на место. Прежде чем отойти от полки с реактивами, убедитесь в том, что реактив поставлен на свое место. Сухие реактивы берут чистым микрошпателем или специальной ложечкой.

8. Если реактив взят в избытке или полностью не израсходован, воспрещается выливать или высыпать его обратно в склянку с реактивом.

9. После использования реактивов, содержащих редкие и драгоценные металлы, их следует выливать в специальные банки.

10. Воспрещается выполнять опыты, не относящиеся к данной работе, без разрешения преподавателя.

11. Звуковые сигналы мобильных телефонов во время занятий должны быть отключены.

12. Разговаривать в лаборатории разрешается только тихо, если нужно обратиться к преподавателю, лаборанту или товарищу, находящемуся далеко, следует к нему подойти.

По окончании работы следует убрать свое рабочее место, выключить электронагревательные приборы, закрыть воду, выключить вытяжку. Рабочее место следует сдать дежурным из числа студентов. Дежурные по окончании работы группы сдают рабочие места лаборанту.

Техника безопасности при работе со стеклянной посудой

1. Посуду, имеющую трещины или отбитые края, нельзя использовать для выполнения лабораторных работ.

2. При работе со стеклянной посудой нельзя прилагать большое усилие при разъединении заклинивших шлифов, вынимании пробок, надевании резиновых шлангов.

3. Не допускается нагревание жидкостей в закрытых колбах, не имеющих сообщения с атмосферой.

Техника безопасности при работе с растворами кислот и щелочей

1. При приготовлении разбавленных растворов щелочи и кислоты необходимо приливать их в воду тонкой струей при непрерывном перемешивании. Приливать воду в кислоту запрещается!

2. Если кислота или щелочь случайно пролиты, их вначале засыпают песком. Кислоту нейтрализуют раствором соды, щелочь – слабым раствором уксусной кислоты. После этого место пролива промывают водой и вытирают насухо.

3. Отработанные кислоты и щелочи следует собирать в специальную посуду.

Противопожарная техника

1. При проведении опытов, в которых может произойти самовозгорание, необходимо иметь рядом с местом проведения работ песок или другие средства тушения огня.

2. В случае воспламенения горючих веществ нужно быстро погасить все источники огня, отставить сосуд с огнеопасным веществом, исключить доступ кислорода по возможности и тушить пожар.

Техника безопасности при работе с электрооборудованием

1. Все работы следует проводить только с заземленными электроприборами.
2. Категорически запрещается работать вблизи открытых токопроводящих частей оборудования.
3. Запрещается вешать на розетки, выключатели и электропровода различные вещи.
4. В случае перерыва в подаче тока все электроприборы и другое электрооборудование должны быть отключены.
5. При загорании проводов или электроприборов необходимо их немедленно обесточить и гасить огонь при помощи сухого углекислотного огнетушителя.

Оказание первой медицинской помощи

1. При ожоге кислотами обожженное место следует промыть большим количеством воды, затем обработать 2%-ным раствором гидрокарбоната натрия (пищевой соды), смазать вазелином и перевязать. При ожогах глаз многократно промыть их водой, 2%-ным раствором соды и обратиться к врачу.
2. При ожоге щелочью пораженное место многократно промыть водой, а затем 2%-ным раствором уксусной или борной кислоты, смазать вазелином или 5%-ным раствором перманганата калия и перевязать. При ожоге глаз промыть их 1%-ным раствором борной кислоты.
3. При термическом ожоге смочить пострадавший участок 10%-ным раствором перманганата калия, затем смазать мазью от ожогов, вазелином или раствором пищевой соды, перевязать.
4. При отравлении хлором, бромом, сероводородом, угарным газом необходимо вывести пострадавшего на воздух.
5. При всех несчастных случаях следует немедленно обратиться к преподавателю.

Вопросы для самопроверки

1. В каких случаях синтез проводится «под тягой»? Когда необходимо опускать стекло вытяжного шкафа?
2. Каковы правила первой помощи при термическом ожоге?
3. 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?

4. Каковы правила первой помощи при термическом ожоге? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?
5. Каковы правила первой помощи при ожоге кислотой? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?
6. Каковы правила первой помощи при ожоге щелочью? Чем необходимо обработать кожу? Каковыми будут ваши дальнейшие действия?
7. Что делать при попадании растворов на лицо?
8. Как правильно промывать глаза при попадании брызг раствора или крупинок твердого вещества? Чем промывают глаза?
9. При опытах с водородом нельзя поджигать водород, выходящий из прибора, не убедившись предварительно в его чистоте, иначе внутри прибора может произойти взрыв.
10. Какую опасность представляют соединения меди? Как надо обращаться с твердыми щелочами? Какова первая помощь при ожогах щелочами?
11. Какую опасность представляют соединения алюминия и какие меры предосторожности надо предпринимать при работе с ними?
12. Какую опасность представляет серная кислота? Какова первая помощь при ожогах кислотами?
13. Какую опасность представляют соединения бора? Какую опасность представляет концентрированная соляная кислота и каковы меры предосторожности при работе с ней?
14. Какие меры предосторожности следует соблюдать при работе с кислородом?
15. Какие меры предосторожности следует соблюдать при работе со спиртовкой?

2 ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА

В настоящее время промышленность предлагает широкий ассортимент различной лабораторной посуды по материалу: из стекла, фарфора, металла и пластика.

Лабораторная посуда из стекла может быть как прозрачной, так и непрозрачной, способной поглощать ультрафиолетовые лучи. Использование стеклянной посуды позволяет полностью исключить какое-либо воздействие материала на результаты работ, а также позволяет работать с ядовитыми веществами без угрозы для здоровья.

Для проведения опытов в химических лабораториях применяют посуду, изготовленную из тонкостенного или толстостенного стекла. Она должна быть инертна к химическому воздействию, устойчива к изменениям температуры. При проведении реакций при повышенных температурах используют посуду, изготовленную из молибденового (до 400 °С), перекисного (до 600 °С) или кварцевого (до 1500 °С) стекла.

Не менее востребована и пластиковая лабораторная посуда, которая изготавливается из различных полимерных материалов, обеспечивающих легкий вес и прочность, устойчива к щелочам, кислотам и другим агрессивным веществам. Так же имеет широкий температурный интервал в использовании, не меняя свою химическую стойкость при крайне низкой или высокой температуре.

Иногда применяют посуду из фарфора, которая в отличие от стеклянной, обладает наибольшей термостойкостью и прочностью, вместе с тем, она тяжела и непрозрачна, что делает ее применение актуальным только для узкоспециализированных направлений.

В соответствии с методикой синтеза неорганических веществ собирается установка для синтеза с необходимым перечнем химической посуды и оборудования разного назначения (рис. 1).

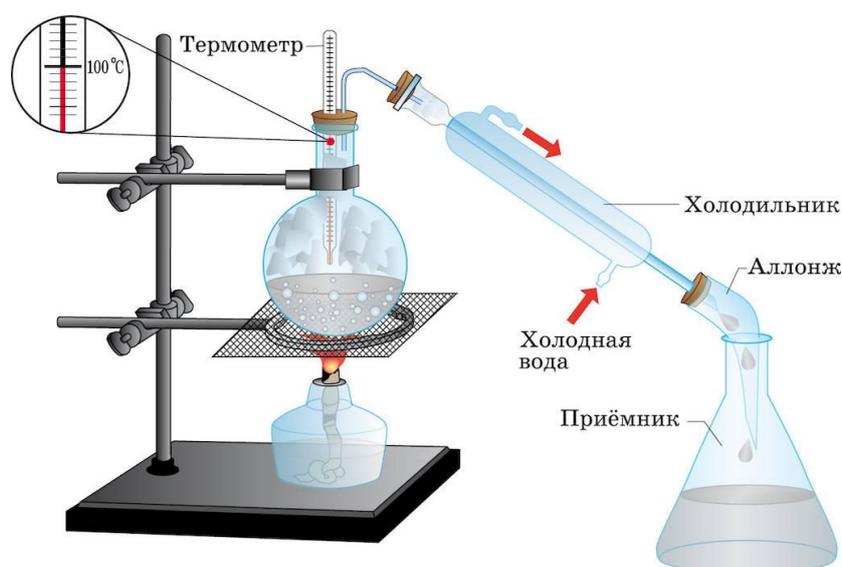


Рис. 1. Перегонка воды в лаборатории

Химическая посуда, применяемая в лаборатории, может быть условно разделена на три группы.

Посуда общего назначения - предметы, которые всегда должны быть в лаборатории и без которых нельзя провести большинство работ (пробирки, воронки, химические стаканы, конические колбы Эрленмейера, плоскодонные колбы, кристаллизаторы, чашки Петри, бюксы и др.) (рис. 2).

Пробирка используется при проведении опытов с небольшим количеством реактивов.



Рис. 2. Посуда общего назначения

Химический стакан может иметь различные размеры. Стаканы бывают с носиком и без, простые и калиброванные. Они используются обычно для приготовления растворов с заданной массовой долей растворенного вещества (когда большая точность не требуется) либо для химических реакций, допускающих проведение в открытом сосуде.

Плоскодонная коническая колба - колба Эрленмейера - применяются для проведения в них химических реакций, как правило, при комнатной температуре или при небольшом нагревании. Они более удобны, чем химические стаканы, в тех случаях, когда требуется предотвратить или ограничить контакт с атмосферой.

Химические воронки служат для фильтрования и переливания жидкостей. Для проведения фильтрования в воронку помещают складчатый фильтр – круглый лист фильтровальной бумаги, сложенный «гармошкой» так, чтобы его площадь поверхности соприкосновения с жидкостью была максимальной. Часто такое фильтрование проводят с горячим раствором, в этом случае воронку непосредственно перед выполнением операции нужно разогреть в сушильном шкафу.

Кристаллизатор предназначен для получения кристаллов веществ из насыщенных растворов. Для этой цели кристаллизатор заполняют охлаждающей смесью (обычно льдом или его смесью с различными солями). Также кристаллизатор используют для собирания газов над водой.

Посуда специального назначения - предметы, которые употребляются для одной какой-либо цели (пикнометры, ареометры, дефлегматоры, холодильники, круглодонные колбы, колбы Кьельдаля и др.) (рис. 3-4).

Делительные воронки используются для разделения несмешивающихся жидкостей.

Термометры используют для измерения температуры раствора, бывают спиртовые и ртутные.

Ареометр используют для измерения плотности жидкостей, принцип работы основан на гидростатическом законе Архимеда. Для измерения условного веса жидкости в сосуд с этой жидкостью опускают ареометр. Он опускается на разную глубину в зависимости от плотности жидкости. После того, как прибор принял верное положение, по ареометрической шкале определяют плотность жидкости.

Колба Вюрца - круглодонная колба с отводом для вставки *прямоточного холодильника*, соединенного *аллонжем* (стеклянной изогнутой трубкой) с приемником, используется для перегонки различных веществ.

Колба Бунзена - плоскодонная коническая колба из толстостенного стекла с тубусом (отводом), которая используется вместе с воронкой Бюхнера для вакуумного фильтрования с помощью вакуум-насоса (водоструйного) для ускорения фильтрования.

Колба Кьельдаля (грушевидная колба) - используется в качестве приемника при перегонке, одним из предназначений является определения азота в веществах по методу Кьельдаля.



Рис. 3. Посуда специального назначения
ареометр

Дефлегматоры (насадки для дистилляции) используются для частичной или полной конденсации паров жидкостей, разделяемых фракционной перегонкой или ректификацией.

Холодильники (прямоточный, обратный) используются для охлаждения и конденсации паров.

Холодильник Либиха, прямой холодильник используется при перегонке жидкостей, как правило, в сочетании с колбой Вюрца, для охлаждения и конденсации паров, образующихся при перегонке. Сконденсированные пары попадают в приемник через аллонж. *Аллонж* применяется при перегонке для соединения холодильника с сосудом-приемником, роль которого играет колба или химический стакан.

Воронка Бюхнера представляет собой фарфоровую воронку с широкими отверстиями, предназначенную для фильтрования растворов при пониженном

давлении. При фильтровании на ее дно помещается кружок фильтровальной бумаги размером чуть меньше внутреннего диаметра воронки, но полностью закрывающий все отверстия в дне.

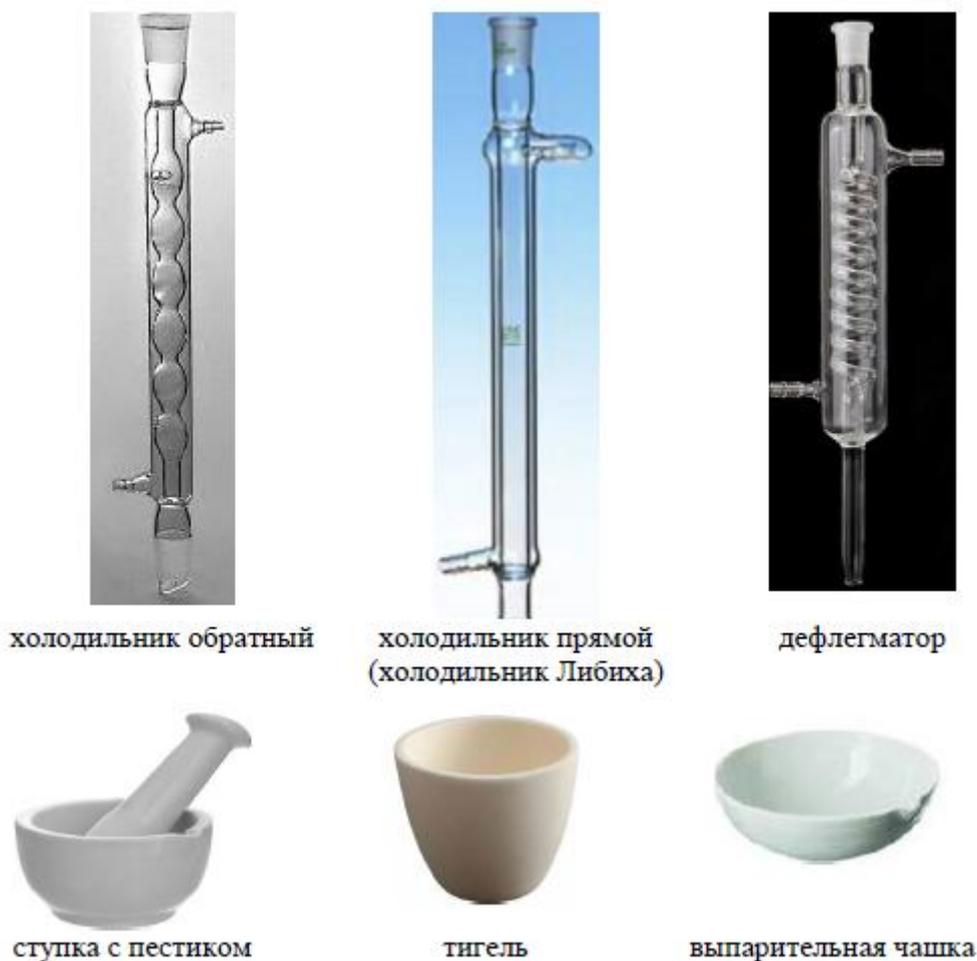


Рис. 4. Посуда специального назначения

Эксикаторы применяют для медленного высушивания, остывания и сохранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Нижнюю часть эксикатора заполняют водопоглощающим веществом (прокаленный хлорид кальция, концентрированная серная кислота, оксид фосфора (V) и др.). Над поглотителями на фарфоровом вкладыше помещают бюксы или тигли с веществами, подлежащими осушению.

Ступки с пестиком используют для измельчения твердых веществ, бывают фарфоровые, агатовые, металлические (из чугуна, стали, бронзы)

Тигли обычно из огнеупорного материала, используют для нагрева, высушивания, сжигания, обжига или плавления химических веществ бывают фарфоровые, кварцевые, графитовые, металлические (платиновые).

Выпарительные чашки используют для упаривания и выпаривания растворов, в основном сделаны из фарфора.

Мерная посуда – предметы, которые используются для измерений массы или объема (рис. 5). Мерная посуда откалибрована для 20 °С и ее нельзя нагревать. Уровень измеряемой жидкости определяется по нижнему мениску. Для заполнения пипеток используют пипетаторы (груши).

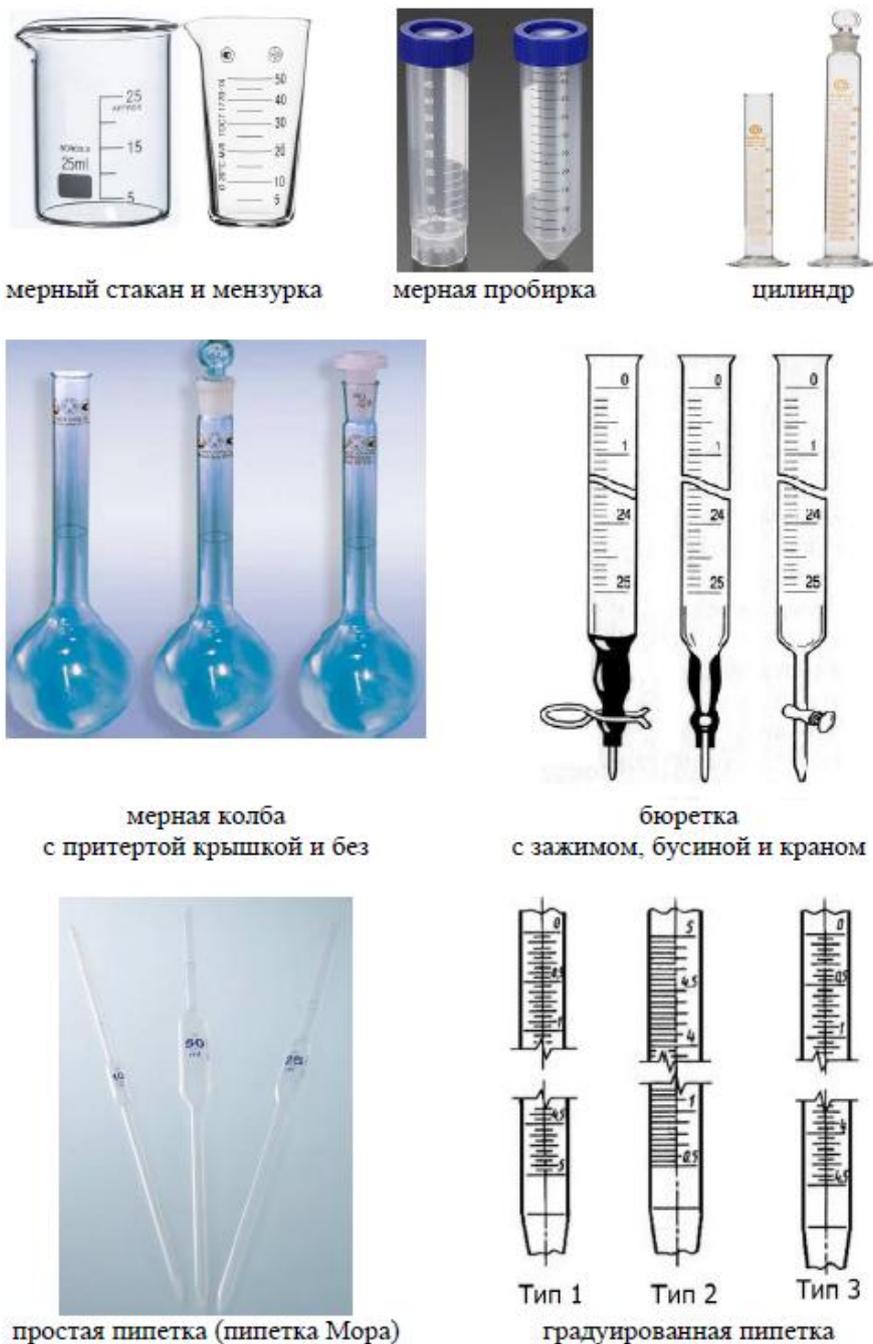


Рис. 5. Мерная посуда

Различают точную и неточную мерную посуду. К **неточной** мерной посуде относятся мерные цилиндры и мензурки. Они непригодны для точного измерения объёмов!

К **точной** мерной посуде относят пипетки, бюретки, мерные колбы.

Цилиндры применяют в тех случаях, когда измерение объема жидкости не требует большой точности. Вместимость цилиндров бывает от 5 мл до 1 л и больше. Чтобы отмерить нужный объем жидкости, ее наливают в мерный цилиндр до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня нужного деления.

Мерные колбы предназначены для приготовления раствора точного объема на вливание. Они представляют собой круглые плоскодонные сосуды с узким длинным горлом (шейкой). На шейке есть кольцевая метка, до которой следует наполнить колбу. Мерные колбы могут иметь вместимость от 10 мл до 2 л. Мерные колбы применяют для приготовления стандартных растворов, а также для разбавления анализируемых проб перед взятием аликвоты (точно отмеренной кратной части общего объема) раствора для анализа.

Пипетки предназначены для точного измерения объемов растворов на выливание. Пипетки бывают двух типов: простые (пипетка Мора) и градуированные (дифференциальные).

Обычные пипетки представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посередине. В верхней части пипетки есть метка до которой набирают жидкость. Градуированные пипетки с делениями могут быть на полный и частичный слив.

Пипетки бывают вместимостью от 1 до 100 мл. Пипетки вместимостью менее 1 мл называются микропипетками; с их помощью можно отбирать объемы, измеряемые десятками и сотыми долями миллилитра.

При отборе жидкости пипетка всегда должна находиться в строго вертикальном положении. Пипетка должна находиться в правой руке, резиновая груша в левой. Раствор набирают так, чтобы его уровень был на 2-3 см выше кольцевой метки. Затем вынимают грушу из отверстия пипетки, быстрым движением закрывают отверстие указательным пальцем правой руки, придерживая в то же время пипетку большим и средним пальцем.

Бюретка является основным измерительным инструментом при титровании и позволяют точно отмерить любой объем жидкости в пределах ее вместимости. Она представляют собой длинную стеклянную градуированную трубку, к суженному концу которой с помощью резинового шланга присоединяют оттянутый стеклянный капилляр. Обычная бюретка, используемая в титриметрическом анализе, представляет собой тонкую градуированную стеклянную трубку, открытую на одном конце и снабжённую запорным краном (стеклянным или тефлоновым) или зажимом на другом. Вместимость обычных бюреток – 25 мл и 50 мл.

Стеклянную бюретку закрепляют на лабораторном штативе в вертикальном положении, носиком с краном вниз (между лапкой штатива и бюреткой помещают мягкую подкладку, чтобы не поцарапать бюретку и с помощью подкладки регулировать устойчивость бюретки в лапке). Максимальное значение объёма устанавливают на уровне глаз до метки на бюретке при помощи мениска. Затем, жидкость через горлышко с помощью лабораторной воронки заливают в бюретку, не оставляя в бюретке воздуха до первого значения (обычно

нуля), излишнюю жидкость сливают (при этом воронку приподнимают пальцами, чтобы жидкость проходила свободно, поскольку если не приподнять, жидкость наберется в воронке и выльется). Затем, нажимая или подкручивая кран бюретки, при этом контролируя объём жидкости, саму жидкость сливают в определённых порциях, необходимых для анализа, в другую лабораторную посуду.

Вопросы для самопроверки

1. Назовите известную Вам посуду из тонкого стекла. Каково ее назначение?
2. Для изготовления некой химической посуды используется толстое стекло. Назовите эту посуду и определите ее назначение.
3. Какая фарфоровая посуда используется в химии и каковы области ее применения?
4. Перечислите известную Вам мерную посуду.
5. Каковы правила работы с посудой на шлифах?
6. Как можно очистить посуду от вакуумной смазки?
7. Опишите процедуру мытья и сушки химической посуды.
8. В какой химической посуде можно хранить гигроскопичные вещества?
9. Как правильно проводить отбор жидкости пипеткой?
10. Для чего используют бюретки?
11. Какие холодильники бывают? Для каких целей их используют в неорганическом синтезе?
12. Принцип работы ареометра.
13. Какую посуду относят к точной мерной посуде?
14. Какими водопоглощающимися веществами заполняют нижнюю часть эксикатора?
15. Как выглядит воронка Бюхнера? Для каких целей ее используют в неорганическом синтезе?
16. Как закрепляют бюретку? Как определяют объем с помощью бюретки?

3 ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Металлическое оборудование. В химической лаборатории широко применяется разнообразное металлическое оборудование (рис. 6). Штатив служит для закрепления на нём приборов и представляет собой железный стержень, укрепленный на тяжелой железной подставке. Держатели (лапки) служат для закрепления колб, холодильников, бюреток и т. д. Кольца используются в качестве держателей химических воронок, фарфоровых треугольников для тиглей и др. Муфты предназначены для закрепления лапок и колец на штативе.



Рис. 6. Лабораторный штатив

Нагревательные приборы. К числу нагревательных приборов, используемых при выполнении лабораторных работ, относятся газовые горелки, электрические плитки, сушильные шкафы, муфельные печи, бани.

Газовые горелки применяют двух типов – Бунзена и Теклю (рис. 7). Последняя наиболее удобна в обращении. Ее конструкция позволяет регулировать поток воздуха и газа. Подачу газа регулируют винтом, а воздуха – диском. При

Для продолжительного нагревания в пределах температур 100-300 °С применяют бани: водяную, песчаную и др.



Рис. 9. Муфельные печи

Водяные бани используют для нагревания до 100 °С. Они представляют собой металлический сосуд, который закрывается сверху концентрическими, налегающими одно на другое кольцами (рис. 10).



а



б

Рис. 10. Бани: водяная (а) и песчаная (б)

При пользовании баней ее заполняют водой на $\frac{2}{3}$ объема, ставят на треножник и нагревают воду до кипения. При этом надо следить, чтобы вода полностью не выкипала.

Для получения более высоких температур в сосуд заливают вместо воды масло или концентрированный раствор какой-нибудь соли (хлорида натрия, хлорида кальция и др.).

Песчаная баня, также часто применяющаяся в лаборатории для медленного и постепенного нагревания, представляет собой металлическую чашу или сковородку, заполненную сухим чистым песком, прокаленным для удаления из не-

го органических примесей. Нагревание песчаной бани проводят так же, как и водяной, пламенем газовой горелки. Используются также водяные и песчаные бани с электрообогревом.

Песчаная баня может быть использована для нагревания до 200-300 °С. Нагревание песка производят пламенем газовой горелки или электроплиткой.

Термостаты предназначены для автоматического поддержания постоянной температуры при проведении опытов.

Весы. Химический эксперимент начинается с подготовки исходных реагентов (взвешивания, смешения веществ, приготовление растворов). Взвешивание химических веществ выполняется с помощью технических (дискретность от 0 до 3 знаков после запятой) или аналитических весов (дискретность 4 знака после запятой) (рис. 11). Основное отличие этих весов состоит в точности взвешивания.



Рис. 11. Весы

Взвешивание всегда проводят с использованием тары. Химические вещества никогда не помещают прямо на чашку весов. В качестве тары используют стаканчики для взвешивания или бюксы.

Вопросы для самопроверки

1. Какие нагревательные приборы используются в лабораторной практике и каковы их особенности?
2. До какой температуры используют водяные бани для нагревания?
3. Какие весы используют для взвешивания химических веществ?
4. Сформулируйте правила взвешивания, используемые в химической лаборатории.
5. Для каких целей используют штатив? Какие приспособления он имеет?
6. Какие нагревательные приборы используются для выпаривания растворов?
7. Чем отличаются друг от друга газовые горелки Бунзена и Теклю?
8. Какое правило нужно выполнять при работе со спиртовкой?

4 ЛАБОРАТОРНЫЕ ПРИЕМЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ В НЕОРГАНИЧЕСКОМ СИНТЕЗЕ

4.1 Приготовление растворов

Приготовление насыщенного раствора. *Растворимостью* называется свойство вещества растворяться в том или ином растворителе. Мерой растворимости является концентрация его насыщенного раствора. Поэтому растворимость может быть выражена теми же способами, что и концентрация, например массовой долей растворенного вещества в насыщенном растворе, молярной концентрацией насыщенного раствора и т.д.

Растворимость твердых веществ выражают в граммах растворённого вещества, приходящегося на 100 г воды в насыщенном растворе при определённой температуре. Эта величина называется коэффициент растворимости (массовый). Коэффициент растворимости наиболее распространенных соединений при 273 К (0 °С) равен:

NaCl – 35,7	Na ₂ SO ₄ – 4,5	Na ₂ CO ₃ – 7,0	NaNO ₃ – 72,7
KCl – 28,0	K ₂ SO ₄ – 7,2	K ₂ CO ₃ – 107,0	KNO ₃ – 13,1
NH ₄ Cl – 29,4	Al ₂ (SO ₄) ₃ – 37,9	NaOH – 41,8	NH ₄ NO ₃ – 122
CaCl ₂ – 74,5	(NH ₄) ₂ SO ₄ – 70,1	KOH – 97,6	AgNO ₃ – 122,2
BaCl ₂ – 31,6	CuSO ₄ – 14,3	Mg(OH) ₂ – 0,004	KMnO ₄ – 6,38
FeCl ₂ – 49,7	NaHCO ₃ – 6,9	Ca(OH) ₂ – 0,176	K ₂ Cr ₂ O ₇ – 4,7
FeCl ₃ – 74,4	KHCO ₃ – 22,7	Ba(OH) ₂ – 1,67	K ₂ CrO ₄ – 59

Коэффициент растворимости веществ, применяемые в данном практикуме, приведены в таблице 1 в Приложении).

Пример 1. Коэффициент растворимости нитрата калия при 60 °С равен 110. Какая масса этого вещества растворяется при данной температуре в 500 мл воды и чему равна масса получаемого насыщенного раствора?

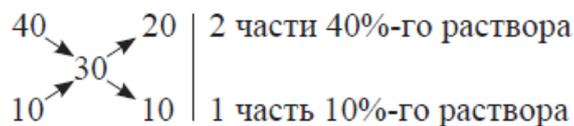
Решение: Масса 500 мл воды составляет 500 г. Коэффициент растворимости (110) показывает массу вещества, которая растворяется в 100 г воды, следовательно, в 500 г воды растворяется 550 г KNO₃. Масса полученного насыщенного раствора будет равна 1050 г (или 1,05 кг).

Ответ: растворяется 550 г, масса раствора 1,05 кг.

Правило смешения (креста). Рассмотрим правило на примере решения конкретной задачи.

Пример 2. Из 40 %-го и 10 %-го растворов приготовить 30 %-й раствор массой 300 г.

Решение: 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:



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

Тогда требуемая масса 40 %-го раствора:

$$m_{40\%} = 100 \cdot 2 = 200 \text{ (г)},$$

$$m_{10\%} = 100 \cdot 1 = 100 \text{ (г)}.$$

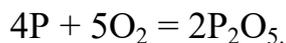
Ответ: для приготовления 30 % раствора необходимо взять 200 г 40 % раствора и 100 г 10 % раствора.

Расчет количества и концентрации исходных веществ

Пример 3. 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.

$$n(P_2O_5) = \frac{m(P_2O_5)}{M(P_2O_5)} = \frac{7.1}{142} = 0,05 \text{ моль}.$$

3. Из уравнения реакции следует, что $n(P_2O_5) = 2 \cdot n(P)$, следовательно, количество вещества фосфора, необходимого в реакции равно:

$$n(P_2O_5) = 2 \cdot 0,05 = 0,1 \text{ моль}.$$

4. Отсюда находим массу фосфора:

$$m(P) = n(P) M(P) = 0.1 \cdot 31 = 3,1 \text{ г.}$$

Ответ: $m(P) = 3,1 \text{ г.}$

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:

$$\eta = \frac{n_{\text{практ}}}{n_{\text{теор}}} \cdot 100\% ,$$

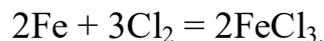
$$\eta = \frac{m_{\text{практ}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\% ,$$

$$\eta = \frac{V_{\text{практ}}}{V_{\text{теор}}} \cdot 100\% .$$

Пример 4. 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 . По уравнению из 213 г Cl_2 образуется 325 г FeCl_3 , по условию из 21,3 г Cl_2 образуется x г FeCl_3 . Тогда:

$$m(\text{FeCl}_3) = \frac{21,3 \cdot 325}{213} = 32,5 \text{ г.}$$

3. Рассчитываем выход продукта:

$$\eta = \frac{m_{\text{практ}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\% = \frac{24,3}{32,5} \cdot 100\% = 74,8 \%$$

Ответ: выход продукта составит 74,8 %.

4.2 Приёмы нагревания и охлаждения

Нагревание пробирок. При нагревании в пробирке небольших количеств раствора закрепите ее в держателе или лапке штатива в слегка наклоненном положении (рис. 12).



Рис. 12. Нагревание пробирки на открытом пламени

Отверстие пробирки должно быть направлено от себя и от соседей!

Осторожно, небольшим пламенем горелки прогрейте всю пробирку, затем доведите до кипения верхний слой жидкости и, опуская пламя, доведите до кипения все содержимое пробирки.

Нагревание колб. Для нагревания колб используют электрические колбо-нагреватели, бани (рис. 13) и газовые горелки.



Рис. 13. Нагревание круглодонной колбы на водяной бане

Нагревание растворов в химическом стакане или плоскодонной колбе проводят на электрической плитке или газовой горелке, на треножке через асбестовую сетку или керамическую пластину, рассеивающую тепло газовой горелки.

Нагревание тиглей. В зависимости от температуры используют различные способы нагревания тиглей. Для прокаливания веществ в тигле без контроля температуры используют газовую горелку. Температура тигля при этом не превышает 400 °С. До более высоких температур до 600 °С тигель можно нагреть паяльной горелкой. Тигель 4 помещают в фарфоровый треугольник 3, установленный на треноге 1 (рис. 14). О примерной температуре тигля можно судить по его свечению: 500-600 °С – темно-красное свечение, 600-800 °С – вишнево-красное свечение, 800-1000 °С – желтое свечение.

Упаривание растворов проводят в фарфоровых чашках на водяной или песчаной бане.

Охлаждение. Для охлаждения реакционного сосуда его погружают в баню (кристаллизатор) или химический стакан с охлажденной смесью. В качестве охлаждающих смесей используют лед с водой или лед с водой и солью, обычно хлоридом натрия.

Присутствие воды в смеси необходимо для более эффективного охлаждения реакционного сосуда, так как воздух является плохим проводником тепла.

Для приготовления охлаждающей смеси льда с водой заверните кусок льда в полотенце или поместите в холщовый мешок и разбейте молотком на мелкие куски. Измельченный лед внесите в кристаллизатор (стакан) и добавьте воды. Вместо льда можно использовать снег.

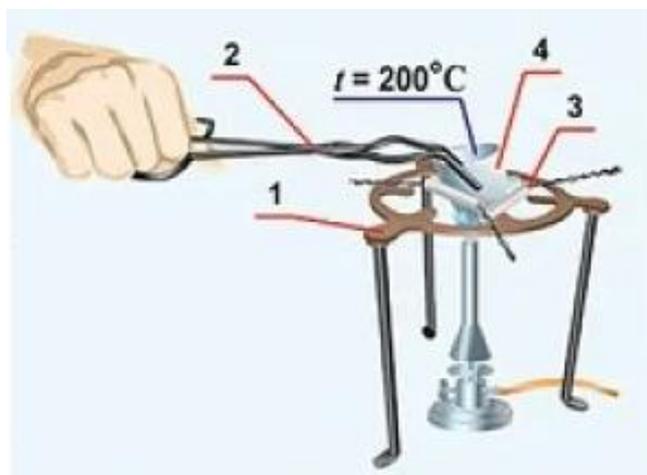


Рис. 14. Прокаливание тигля:
1 – тренога, 2 – тигельные щипцы,
3 – фарфоровый треугольник, 4 - тигель

Охлаждающую смесь льда с хлоридом натрия готовят следующим образом. Разбитый в холщовом мешке молотком лед поместите в большую фарфоровую ступку, дополнительно измельчите пестиком и добавьте мелкокристаллическую соль в расчете 35 г на 100 г льда (*не взвешивайте! возьмите две пол-*

ные столовые ложки соли на стакан льда). Воду добавлять не надо, она образуется сама в результате таяния льда при приготовлении смеси. Смесь льда и хлорида натрия позволяет понижать температуру до 21,2°C.

4.3 Получение веществ в крупнокристаллическом виде

Большое значение для правильного формирования кристаллов веществ, особенно плохо растворимых, имеет непрерывная подача насыщенного раствора при сильном перемешивании с помощью специальных установок.

Выращивание кристаллов осуществляется в потоке. Мешалка при вращении создают поток жидкости, за счет чего и идет перемешивание. Насыщенный горячий раствор наливают в сосуд и включают мешалку. Охлаждение раствора осуществляется за счет естественной теплоотдачи.

Фильтрование. Синтезируемое вещество может быть получено в виде осадка, кристаллического или студенистого, или даже коллоидного раствора.

Перед фильтрованием осадку дают отстояться, затем сливают на фильтр отстоявшуюся жидкость и осадок переносят на фильтр (рис. 15).



Рис. 15. Фильтрование

Перед проведение фильтрования кристаллические осадок желательно промыть. Для этого применяют *декантацию*. Для этого после отстаивания раствор осторожно сливают с осадка и к нему приливают промывную жидкость, например, воду, взбалтывают и после повторного отстаивания снова сливают жидкость.

Для отделения осадков используют фильтры. В лабораторной практике используются стеклянные и бумажные фильтры.

Фильтр – мелкопористый материал, пропускающий жидкость и задерживающий на своей поверхности частицы твердого вещества.

Жидкость, прошедшая через фильтр, называется *фильтратом*.

Бумажный фильтр готовят из фильтровальной бумаги. Фильтровальную бумагу различают по плотности (проницаемости) и маркируют цветом упаковочной ленты. Черной лентой метят бумагу невысокой плотности; ее используют для быстрого

фильтрования рыхлых осадков (гидроксидов). Красной лентой маркируют бумагу невысокой плотности. Белой лентой – бумагу средней плотности; ее применяют для фильтрования осадков средней дисперсности. Синей лентой – плотную бумагу; ее используют для фильтрования мелкодисперсных кристаллических осадков типа сульфата бария.

При промывании осадка следует придерживаться следующих **правил**:

1. Воду наливают на фильтр в таком количестве, чтобы она только покрывала осадок. Промывание малыми порциями воды позволит избежать потерь вещества, особенно если оно хорошо растворимо.

2. Новую порцию наливают на фильтр после стекания предыдущей.

3. Воду на фильтр рекомендуется наливать по палочке или с помощью промывалки.

4. Промывание заканчивается, если в фильтрате больше нет вещества, удаляемого из осадка.

Фильтрование под уменьшенным давлением. Для ускорения фильтрования его проводят под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера (рис. 16). В качестве приемника фильтрата применяют толстостенную колбу Бунзена 3.

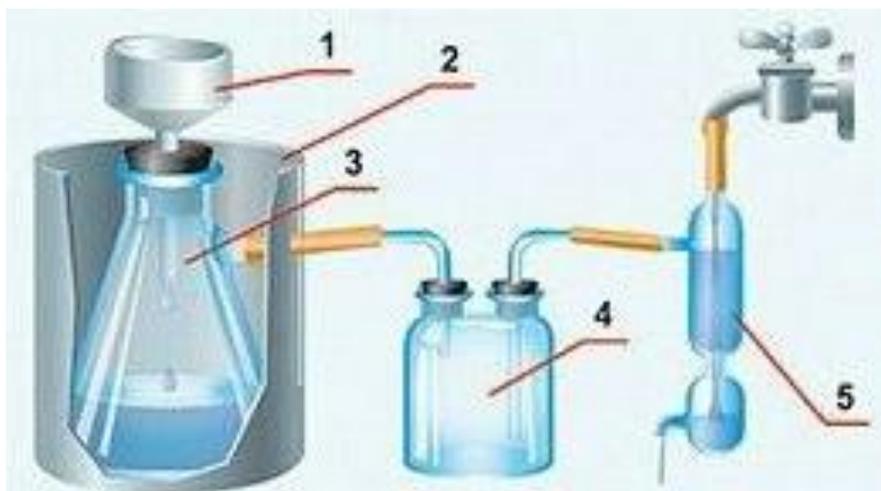


Рис. 16. Фильтрование под вакуумом:

- 1 - воронке Бюхнера, 2 – защитный кожух, 3 - колба Бунзена,
4 – предохранительная склянка, 5 – водоструйный насос

Для создания разрежения используют водоструйный насос 5, а для контроля степени разрежения – вакуумметр.

При выключенном водоструйном насосе 5 перенесите на воронку Бюхнера по стеклянной палочке раствор со взмученным осадком таким образом, чтобы осадок равномерно распределился по всей поверхности фильтра, а затем включите насос. Фильтрование считается законченным, если на конце воронки не появляются новые капли раствора.

Центрифугирование. Для ускорения разделения твердой и жидкой фаз применяют центрифугирование (рис. 17).

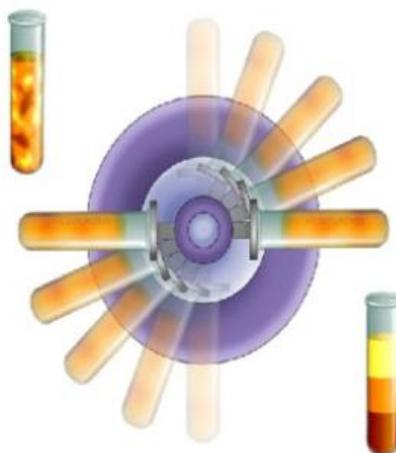


Рис. 17. Схема центрифугирования

Поскольку объем центрифужных пробирок ограничен, центрифугированию обычно подвергают взвеси и мелкодисперсные осадки с небольшим объемом жидкости.

После центрифугирования в течение 2-3 мин прозрачную жидкость (центрифугат) отсасывают пипеткой, к осадку приливают промывную жидкость. Осадок перемешивают стеклянной палочкой и проводят повторное центрифугирование. Эту операцию повторяют 3-4 раза. Затем при помощи стеклянной лопаточки осадок вынимают и высушивают.

4.4 Высушивание твердых веществ

После отделения твердого вещества от раствора следует стадия высушивания. В этом случае сушить вещество следует тем методом, который более удобен при данных условиях работы: на воздухе, в сушильном шкафу, в вакуум-эксикаторе, в эксикаторе над осушителем.

Труднее высушивать кристаллогидраты. Сначала идет испарение капельножидкой воды, подобное испарению с поверхности раствора. После этого между веществом и газовой фазой устанавливается равновесие. Практически о степени высушивания кристаллогидратов приходится наблюдать визуально.

Высушивание на воздухе небольшого количества вещества проводят на часовом стекле или в чашке Петри. Вещества насыпают тонким слоем. Сушка происходит за счет естественного испарения содержащейся в веществе влаги до тех пор, пока давление водяных паров в воздухе и над телом не придет в состояние равновесия.

Высушивание в сушильном шкафу. Вещества, устойчивые на воздухе и не разлагающиеся при нагревании, лучше всего сушить в сушильном шкафу при 60-100°C до постоянной массы, определяемой периодическим взвешиванием охлажденного продукта в эксикаторе. Сухое вещество не должно прилипать к стеклянной палочке и стенкам сосуда, а его масса должна оставаться неизменной при дальнейшем выдерживании в сушильном шкафу.

В последнее время в лабораторной практике стали применять сушильные установки, в которых в качестве источника тепла используют инфракрасные лампы. Инфракрасные лучи с длиной волны 1000-3000 нм обладают достаточной проникающей способностью и не вызывают химических изменений в осушаемом веществе. Сушка происходит при более низкой температуре и быстрее, чем при обычном нагревании веществ. Приборы для высушивания материалов инфракрасным облучением выпускаются серийно. Потребляемая мощность лампы 500 Вт. Время высушивания навески в 3 г от 5 до 10 мин. Вначале включают лампу, и в центр освещенного круга помещают резервуар термометра. Регулируя высоту рефлектора, создают требуемую температуру для осушения вещества. После этого в центр освещенного круга помещают сосуд с осушаемым веществом на установленное время.

Высушивание в эксикаторе. Высушивание твердых веществ воздухом, осушаемым химическими реагентами, в лабораторных условиях осуществляется в эксикаторах. Осушающий реагент подбирают в зависимости от химических свойств высушиваемого вещества. Чаще всего на дно эксикатора помещают безводный CaCl_2 , $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$, P_4O_{10} , плавленный KOH , силикагель, цеолиты. Для удаления остатков углеводородных растворителей в качестве заполнителя для эксикатора применяют парафиновые стружки или полоски фильтровальной бумаги, пропитанные расплавленным парафином.

В эксикаторе водяные пары перемещаются вследствие диффузии или конвекционных токов и поэтому высушивание происходит медленнее, чем в токе воздуха. Для ускорения процесса при комнатной температуре используют вакуум-эксикаторы. Вакуум создается обычно водоструйным насосом. В тех случаях, когда малые количества вещества необходимо осушить в вакууме при повышенной температуре, применяют прибор, называемый «осушительным пистолетом».

4.5 Очистка веществ

Перекристаллизация. Одним из основных методов очистки веществ в неорганическом синтезе является метод перекристаллизации. Он основан на зависимости растворимости веществ от температуры (таблица 1).

Таблица 1

Значения коэффициентов растворимости (г/100 г H_2O) нитрата натрия и хлорида калия в интервале температур $0\text{ }^\circ\text{C}$ – $100\text{ }^\circ\text{C}$

Вещество	Температура, $^\circ\text{C}$										
	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
NaNO_3	72,7	79,9	87,6	96,1	104,9	114,1	124,7	132,2	149,4	168,6	176,3
KCl	28,0	31,2	34,2	37,2	40,1	42,9	45,8	48,6	51,3	53,8	56,3

Исходное вещество взвешивают и, определив по табличным данным растворимость, подсчитывают примерное количество воды, необходимое для его растворения. Вещество помещают в стакан, коническую колбу или фарфоровую чашку и приливают к нему воду, нагревают до определенной температуры.

Можно также к веществу прилить немного воды, нагреть смесь до нужной температуры и добавлять небольшими порциями воду до полного растворения вещества. Раствор необходимо все время перемешивать и подогревать, поддерживая постоянную температуру, которую контролируют термометром.

Если приготовленный раствор окажется мутным, его профильтровывают с использованием воронки для горячего фильтрования. Затем насыщенный раствор охлаждают на воздухе, в холодильнике или в охлаждающей смеси до выпадения мелкокристаллического осадка. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают и высушивают.

Исходя из величины коэффициента растворимости соли и её массы можно найти объём воды, необходимый для приготовления насыщенного при указанной температуре раствора.

Пример 5. *Рассчитайте объём воды, необходимый для приготовления насыщенного при 40 °С раствора нитрата натрия, если масса данной соли равна 6,0 г.*

Решение:

1. Из справочной таблицы находим, что коэффициент растворимости NaNO_3 при 40 °С равен 104,9 г на 100 г и плотность воды (H_2O) = 0,99225, (таблица 2 в Приложении).

2. Рассчитаем массу воды, необходимой для приготовления насыщенного при данной температуре раствора, содержащего соль массой 6 г:

для растворения соли массой 104,9 г необходима вода массой 100 г,

для растворения соли массой 6,0 г необходима вода массой X г,

откуда находим, что $X = 5,7$ г (H_2O).

3. Рассчитаем объём этой порции воды:

$$V(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{(\text{H}_2\text{O})} = \frac{5,7 \text{ г}}{0,99225 \text{ г/см}^3} = 5,7 \text{ см}^3.$$

Возгонка и перегонка. Под возгонкой или сублимацией, обычно понимают процесс испарения и конденсации твердого вещества без перехода в жидкое состояние.

Очистка водных растворов солей путем их обработки порошкообразными металлами, сульфидами или гидроксидами.

Для очистки водных растворов солей можно применять следующие методы: кипячение раствора соли с порошком металла, кипячение раствора соли с сульфидом металла, кипение раствора соли с гидроксидом металла.

На рисунке 18 приведен прибор для перегонки воды. Очищаемую воду наливают в перегонную колбу 1, объём жидкости должен занимать не более по-

ловины объема колбы. Заполняют холодильник 2 проточной водой, причем вода должна поступать снизу вверх.

Нагревают раствор в колбе до кипения горелкой через асбестовую сетку или на песчаной бане. Перегонку ведут с такой скоростью, чтобы на выходе из холодильника образовывалась 1-2 капли в секунду. Перегонку можно закончить, когда в приемнике соберётся жидкость в количестве, достаточном для определения ее плотности и pH.

Перегнанную воду охлаждают до комнатной температуры и подтверждают отсутствие в ней соли химическим путем.

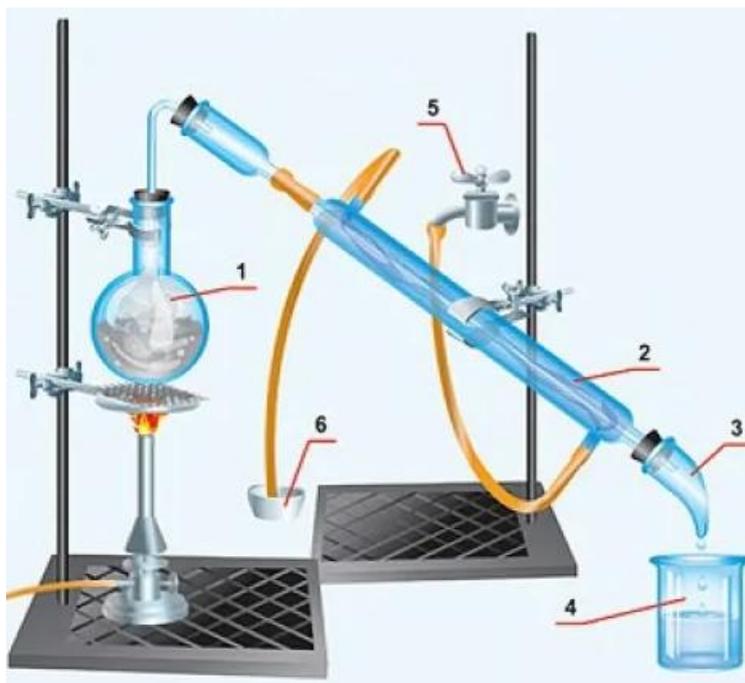


Рис. 18. Аппарат для перегонки воды:

1 – круглодонная колба, 2 – холодильник Либиха, 3 – аллонж, 4 – приемник, 5 – кран холодной воды, 6 – сток

4.6 Общие приемы работы с газообразными веществами

В лаборатории небольшие количества газов можно получать с помощью химических реакций. Некоторые газы образуются при термическом разложении сложных веществ. Газы образуются в реакциях между некоторыми растворами и твёрдыми веществами.

В химической лаборатории используются следующие газы:

- 1) газы промышленного производства, поставляемые в стальных баллонах: азот, кислород, аргон, углекислый;
- 2) газы, получаемые в лаборатории химическим путем: хлор, аммиак, водород, диоксид серы, оксиды азота и др.

Хлор, аммиак и водород производятся промышленностью, использование баллонов с этими газами в студенческом практикуме не рекомендуется ввиду их повышенной опасности.

Для получения газообразных веществ в лаборатории используют различные химические реакции. В зависимости от агрегатного состояния реагентов и условий, при которых идут процессы, применяют разные приборы.

Так, если при получении газа в реакции участвуют только твердые вещества (одно или смесь), можно применить простейший прибор — *пробирку с газотводной трубкой*.

В тех случаях, когда используется взаимодействие твердого вещества с жидкостью (раствором) или двух жидкостей (растворов), например при получении хлора, хлороводорода, оксидов азота, оксида серы (IV), целесообразно проводить реакцию в приборе, состоящем из колбы Вюрца (колбы с боковым отростком) и капельной воронки (рис. 19).

Вначале, сняв воронку 2, насыпают в колбу твердый реагент. Затем закрывают колбу пробкой с капельной воронкой и наливают в нее (при закрытом двухходовом стеклянном кране 3) жидкий реагент (раствор). Осторожно открывая кран капельной воронки, по каплям приливают раствор в колбу. При необходимости колбу можно нагревать. Преимущество такого прибора в том, что можно управлять процессом: прекратить реакцию или, наоборот, добавив раствор, получить новую порцию газа.

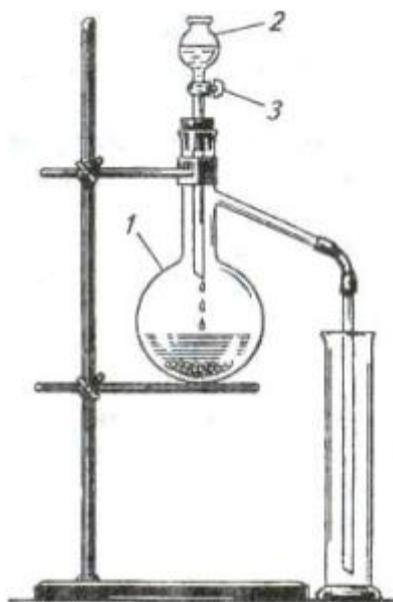


Рис. 19. Прибор для получения газа:

- 1 - колба с боковым отростком (колба Вюрца); 2 - капельная воронка;
- 3 - двухходовой стеклянный кран

В практике удобно использовать приборы автоматического действия. Одним из таких приборов является аппарат для получения газов - *Аппарат Кип-*

на, рис. 20). Прибор состоит из двух основных частей: сосуда 1 с перетяжкой (сужением) в средней части и шарообразной воронки 2, конец которой на 1-2 см не доходит до дна сосуда. Воронка вставляется в сосуд на шлифе, обеспечивающем герметичность прибора. Основной сосуд благодаря сужению разделен на две части: нижнюю — опорную, имеющую полушаровую форму, и верхнюю, имеющую форму шара, — реактор. Прибор имеет два тубуса. Верхний тубус 3 служит для отвода образующегося в реакторе газа. Он закрыт пробкой с газоотводной трубкой и краном 4. Нижний тубус 5 используется для слива отработанного раствора. В комплект аппарата входят также резиновый или виниловый диск 6, на который помещают твердый реагент; пробки для тубусов; газовый кран и водяной затвор 7.

Зарядка аппарата Киппа. В реактор (среднюю часть прибора) через верхний тубус помещают твердое вещество (кусочки мрамора для получения CO_2 , гранулы цинка или, реже, магния для получения H_2). Затем тубус закрывают пробкой с газоотводной трубкой и при открытом кране (для того, чтобы находящийся в сосуде воздух мог свободно выходить из него) наливают раствор кислоты в воронку. Кислота поступает в нижнюю часть прибора, затем поднимается в средний шар и приходит в соприкосновение с твердым веществом — начинается химическая реакция, выделяется газ. Кислоту приливают до тех пор, пока ее уровень в реакторе поднимется выше поверхности твердого реагента примерно на 1—1,5 см. После закрытия крана кислота под давлением образовавшегося газа вытесняется в нижнюю часть прибора и поднимается в воронку. Реакция прекращается.

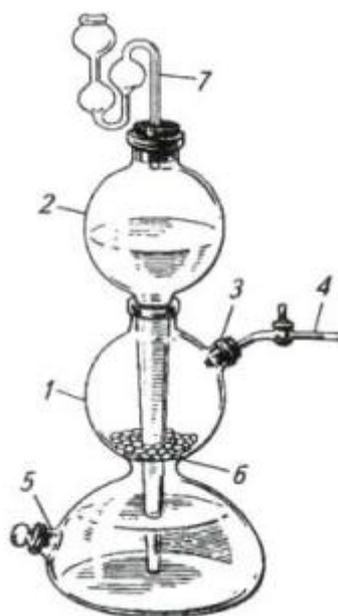


Рис. 20. Аппарат Киппа:

- 1 – сосуд с сужением; 2 – шарообразная воронка; 3 - верхний тубус;
4 - газоотводная трубка с краном; 5 - нижний тубус; 6 - диск для размещения
твердого реагента; 7 - водяной затвор

Правила работы с заряженным аппаратом Киппа. Чтобы получить и собрать образующийся в реакторе газ, надо открыть кран газоотводной трубки 4. При этом газ выходит через газоотводную трубку, давление газа в реакторе понижается, и кислота опускается из воронки, приходя в соприкосновение с твердым реагентом, — начинается реакция. При разрядке аппарата Киппа кислоту выливают через нижний тубус, твердое вещество извлекают через верхний тубус. Во избежание нарушения герметичности прибора разъединение воронки и сосуда производят только при острой необходимости.

Зарядку прибора производят следующим образом: слегка приподняв воронку 2, помещают на резиновое кольцо 4 твердый реагент; затем пробирку плотно закрывают пробкой и при открытом зажиме 3 наливают кислоту.

В учебной лаборатории аппарат Киппа применяют преимущественно для получения водорода и диоксида углерода. Для получения в аппарате Киппа водорода используется как соляная, так и серная кислота. Концентрированную соляную кислоту ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$) разбавляют водой в объемном отношении 1:1 или 1:2; концентрированную серную ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) разбавляют в отношении 1:5. Для получения диоксида углерода применяют только соляную кислоту.

Таким способом возможно собирать только те газы, которые нерастворимы или плохо растворимы в воде, например, водород, кислород, азот.

Для хранения газов используются газометры и газовые баллоны.

Газометр — лабораторный прибор для собирания и хранения газов, а также оценки их объемов. Представляет собой изготавливаемый из толстого стекла, меди или жести сосуд (обычно переносный, часто градуированный) вместимостью до нескольких десятков литров и предназначен для хранения и выдачи газа под давлением, незначительно превышающим атмосферное.

В жидкостных (мокрых) газометрах сбор газа основан на вытеснении запирающей жидкости в напорную воронку собираемым газом, а отбор газа — на вытеснении газа жидкостью из воронки (рис. 21). В качестве запирающей жидкости используют воду, солевой раствор или ртуть. Подлежащий хранению газ не должен взаимодействовать с запирающей жидкостью и быть малорастворимым в ней. Недостаток жидкостных газометров — возможность попадания примесей из запирающей жидкости в хранимый газ. Кроме того, по мере отбора газа давление в газометре Берцелиуса постепенно снижается.

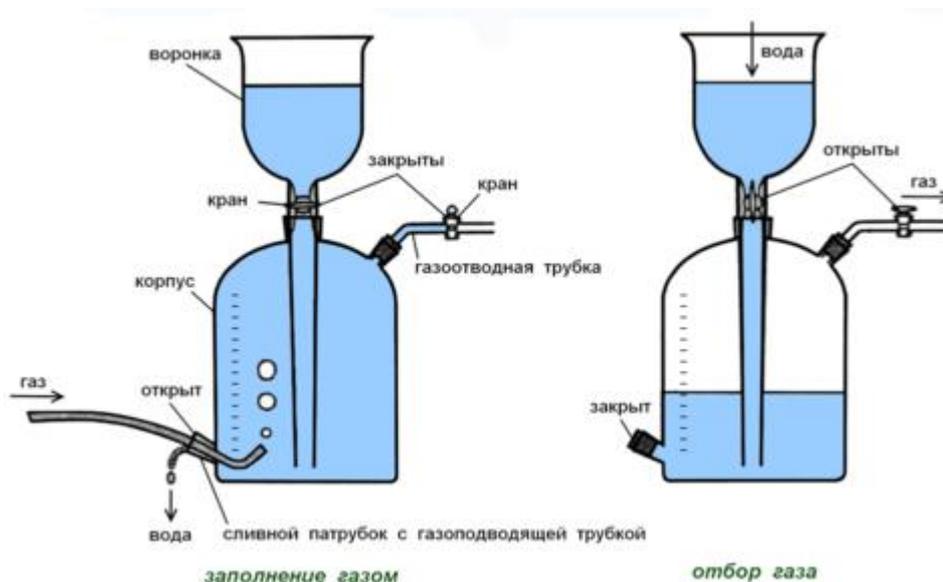


Рис. 21. Лабораторный газометр Берцелиуса

Перед началом работы лабораторный газометр Берцелиуса — толстостенную стеклянную бутылку с воронкой на шлифе — полностью заполняют водой, наливая её через воронку при обоих открытых кранах; последние пузырьки воздуха удаляют, слегка приподнимая и опуская воронку. Затем кран на газоотводной трубке закрывают, убирают заглушку со сливного патрубка и через этот же патрубок посредством газоподводящей трубки соединяют газометр с источником газа. Газ постепенно заполняет сосуд, вытесняя воду через сливной патрубок в поддон или водопроводную раковину; объём газа определяют по нанесённым на корпус газометра делениям. Чтобы получить ток газа из газометра, напорную воронку наполняют водой, ставят заглушку на сливной патрубок и открывают оба крана. Вода вытесняет газ, который выходит через газоотводную трубку.

В лаборатории используют два основных способа собирания газов: путем вытеснения воздуха и путем вытеснения воды. Способы собирания газов определяются их свойствами: растворимостью и химическим взаимодействием с водой, с кислородом воздуха, ядовитостью газа.

Вопросы для самопроверки

1. Какие примы используют в неорганическом синтезе?
2. Как правильно нагревать пробирку, плоскодонную посуду, колбы?
3. Для чего осуществляют охлаждение?
4. Какими способами высушивают твердые вещества?
5. Как подбирают осушающий реагент для высушиваемого вещества?
6. Для каких целей используют центрифугирование?
7. В чём заключается сущность метода перекристаллизации?

8. В каких случаях метод перекристаллизации нельзя использовать для очистки веществ?
9. На чём основана очистка жидкостей методом простой перегонки? От каких примесей можно очищать жидкости данным методом?
10. В каких случаях используется перегонка в вакууме?
11. Какие газы используются в неорганическом синтезе?
12. Какие приборы применяются в лабораторной практике для получения газов?
13. Какой простейший прибор может быть использован для получения небольшого количества газа?
14. Опишите устройство аппарата Киппа.
15. Перечислите основные правила работы с заряженным Аппаратом Киппа.
16. В каких случаях применяют прибор, состоящий из колбы Вюрца (колбы с боковым отростком) и капельной воронки?
17. Какие приборы используют для хранения газов?
18. Как готовят к работе лабораторный газометр Берцелиуса?
19. Какие способы собирания газов Вам известны?

5 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Лабораторная работа № 1 Получение водорода

Цель работы: получить водород и провести его очистку.

Реактивы: гранулированный цинк, разбавленная соляная кислота HCl (1:4), медный купорос CuSO_4 , концентрированная серная кислота H_2SO_4 .

Оборудование, посуда, материалы: Аппарат Киппа, воронка, газоотводная трубка, кристаллизатор с водой, пробирка, спиртовка.

Порядок выполнения работы

а) Получение водорода взаимодействием металлов с кислотами

Аппарат Киппа для получения водорода необходимо зарядить заранее. Его устройство схематично изображено на рис. 22.

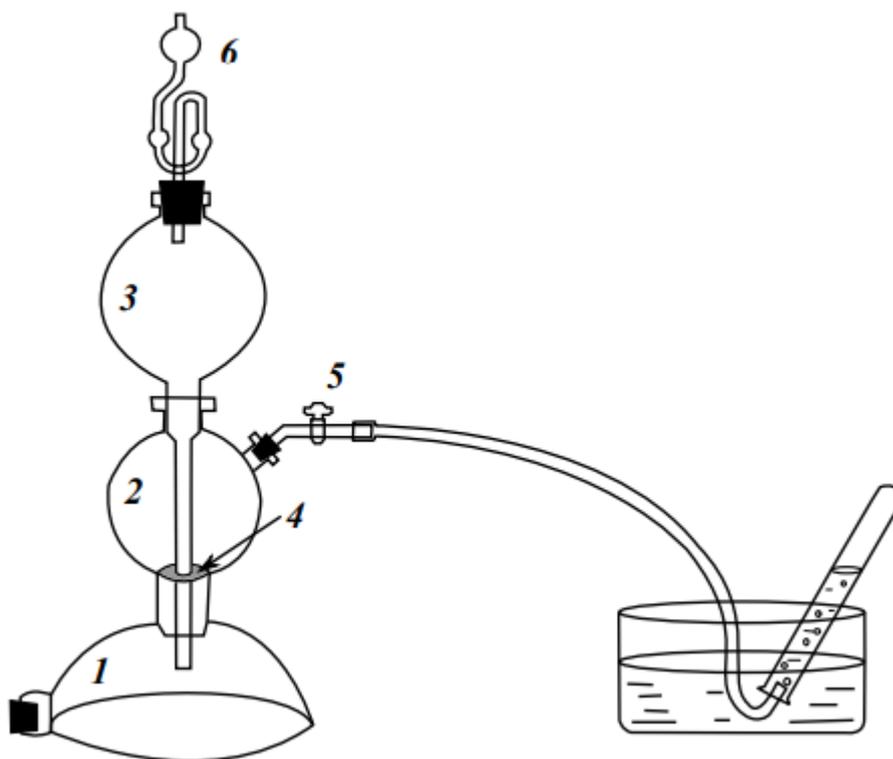
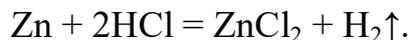


Рис. 22. Аппарат Киппа для получения водорода

В средний резервуар 2 на фарфоровую перегородку 4 загружают 100–150 г цинка, а затем при открытом газоотводном кране 5 заливают через воронку в верхний резервуар 3 разбавленную соляную кислоту (1:4), чтобы она заполнила весь нижний резервуар 1 и уровень её достигал слоя цинка. К раствору соляной

кислоты можно добавить несколько капель разбавленного раствора медного купороса для более мягкого протекания реакции.

При контакте гранулированного цинка с кислотой начинается реакция:



Водород, смешиваясь с воздухом заполняет объём среднего резервуара 2 и в смеси с воздухом начинает выходить через газоотводную трубку. Выделяющийся водород будет при открытом кране 5 выходить через газоотводную трубку, а если кран закрыть, то будет накапливаться в резервуаре 2, создавая повышенное давление. Под действием этого давления кислота будет через внутреннюю трубку выдавливаться обратно в резервуар 3. Склянка 6 служит для предохранения от перелива кислоты. Кристаллизатор с водой нужен для того, чтобы собирать газ методом вытеснения воды. Для этого пробирку заполняют водой, помещают в кристаллизатор и направляют газ из газоотводной трубки в пробирку, перевернутую вверх дном. Поступающий газ вытесняет из пробирки воду.

Водород собирают методом вытеснения воды, используя пробирку и кристаллизатор (рис. 22).

б) Очистка водорода

Если при получении водорода используется соляная кислота, то выделяющийся газ содержит две основные примеси – хлороводород и пары воды. От них избавляются, последовательно пропуская газ из аппарата Киппа через промывную склянку с водой (поглощает HCl) и с концентрированной серной кислотой (поглощает пары воды) (рис. 23).

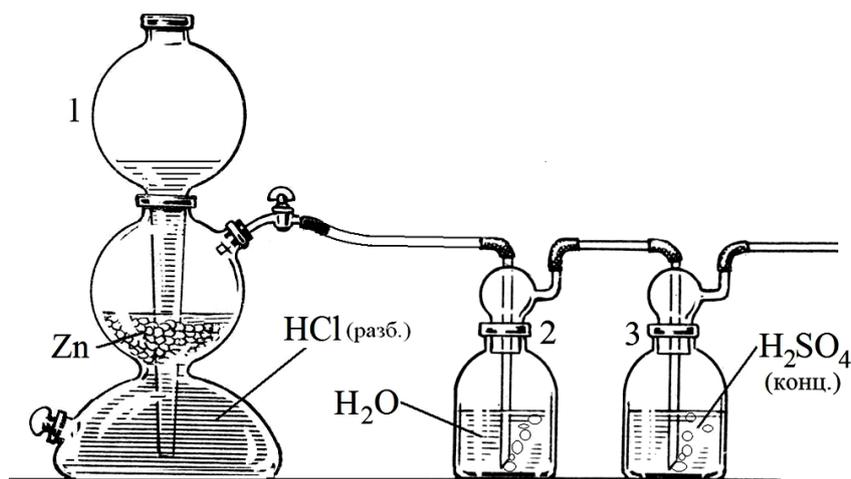


Рис. 23. Очистка водорода от примеси хлороводорода и паров воды

- 1 – аппарат Киппа, заряженный соляной кислотой и цинком;
2 – промывная склянка с водой; 3 – промывная склянка с концентрированной серной кислотой

Проверка водорода на чистоту

Смеси водорода с кислородом (2:1) или воздухом очень опасны. Они взрываются с большой силой при поджигании, при пропускании электрического разряда или при контакте с платиной. Поэтому водород, выделяющийся из аппарата Киппа, перед использованием всегда нужно очень тщательно проверять на чистоту следующим образом:

1. Зажечь спиртовку на расстоянии не ближе 1 м к аппарату Киппа.
2. Методом вытеснения воды заполнить пробирку выделяющимся газом и закрыть её под водой указательным пальцем.
3. Поднести закрытую пробирку отверстием вниз к пламени спиртовки, не переворачивая открыть и быстро внести в пламя. **Чистый водород сгорает с лёгким, еле слышным хлопком вроде «п-па».** Однако для обеспечения безопасности при работе с водородом всегда нужно окончательно убедиться в его чистоте. Водород можно использовать только после трёхкратной положительной пробы на чистоту. **Если же при поджигании газа раздаётся резкий «лающий» звук, то выделяющийся газ содержит примесь воздуха и очень опасен.** В этом случае нужно дождаться выделения чистого газа, периодически проводя пробу на чистоту. При этом нельзя использовать одну и ту же пробирку.

Контрольные вопросы

1. В каком аппарате проводят получение водорода?
2. Каким образом следует держать пробирку, предназначенную для сбора водорода – вверх или вниз отверстием?
3. По какому признаку можно судить о том, в какой пробирке содержится больше водорода?
4. Составьте уравнение реакции восстановления перманганата калия атомарным водородом и расставьте коэффициенты методом электронного баланса.
5. По каким признакам можно судить о начале протекания реакции? Об ее окончании?
6. Для чего проводят очистку водорода?
7. Почему смеси водорода с кислородом опасны?

Лабораторная работа № 2

Элементы первой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов первой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

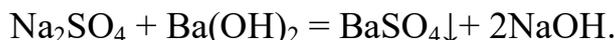
Реактивы: сульфат натрия Na_2SO_4 , гидроксид бария $\text{Ba}(\text{OH})_2$, дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, соляная кислота HCl (раствор 1:1), пентагидрат сульфата меди (II) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, глюкоза $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$, гидроксид натрия NaOH .

Оборудование, посуда, материалы: мерный цилиндр объемом 25 см^3 , термостойкие химические стаканы объемом 100 см^3 и 250 см^3 , стеклянные палочки, термометр, фарфоровая чашка, воронки, электроплитка, бумажные фильтры, весы, вакуумный насос.

Порядок выполнения работы

а) Получение гидроксида натрия

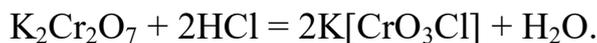
Насыщенный при комнатной температуре раствор сульфата натрия, содержащий 3-4 г соли, смешать с эквивалентным количеством насыщенного раствора гидроксида бария:



Выпавший осадок отфильтровать и фильтрат, не содержащий ионов бария и сульфат-ионов, выпарить в фарфоровой чашке до получения гидроксида в сухом виде. Во время выпаривания на воздухе гидроксид натрия может поглощать оксид углерода (IV). Поэтому желательно прикрыть неплотно чашку крышкой, под которую во время выпаривания пропускать кислород или азот. Осадок взвесить и рассчитать выход продукта в процентах от теоретического.

б) Получение хлорохромата калия

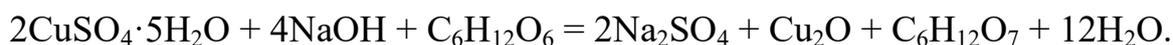
25 г порошкообразного дихромата калия растворяют в 55 мл соляной кислоты, разбавленной в отношении 1:1 и нагретой до 70°C :



Горячий раствор профильтровывают, через 0,5-1 ч осадок отсасывают и высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги.

в) Получение оксида меди (I) (Cu_2O)

В основе синтеза лежит реакция окисления глюкозы в глюконовую кислоту:



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 °С 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 бесцветным. Осадок промывают горячей водой декантацией до отсутствия в промывной жидкости сульфат-ионов (качественная реакция на сульфат-ион – добавить раствор хлорида бария). Затем отделяют осадок от раствора вакуумным фильтрованием и высушивают на воздухе.

Контрольные вопросы

1. Расставьте коэффициенты методом электронного баланса. Какую роль играет глюкоза?
2. Для чего необходимо нагревание? Какое вещество можно получить вместо оксида меди, если проводить реакцию при комнатной температуре?
3. Каким образом можно обнаружить наличие сульфат-ионов в растворе? Приведите уравнение соответствующей реакции. Каким образом отбирается проба на полноту промывания?
4. По какой причине оксид меди (I) не рекомендуется сушить при повышенной температуре?
5. Как называется природное соединение, содержащее в качестве основного компонента оксид меди (I)?
6. Перечислите области применения Cu_2O .

Лабораторная работа № 3

Элементы второй группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов второй группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: растворы солей MgCl_2 и Na_2CO_3 , раствор аммиака ($\rho = 0,9$ г/мл), карбонат кальция (мрамор) CaCO_3 , кислота азотная HNO_3 (15–20 %-й раствор),

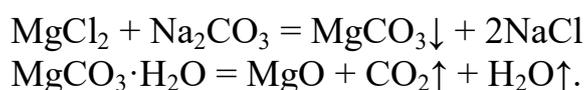
хлорид бария, нитрат натрия, гидрофосфат натрия $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, сульфата цинка ZnSO_4 , сульфат аммония, растворы солей хлорида калия и кадмия.

Оборудование, посуда, материалы: термостойкие химические стаканы объемом 100 см^3 и 250 см^3 , термометр, стеклянные палочки, воронки, воронки для горячего фильтрования, бумажные фильтры, электроплитка, фарфоровые тигли, муфельная печь.

Порядок выполнения работы

а) Получение оксида магния

Метод основан на получении среднего карбоната магния и последующем его прокаливании при высокой температуре. Уравнение реакции:



Насыщенные при комнатной температуре растворы солей MgCl_2 и Na_2CO_3 нагреть до температуры $\sim 40^\circ\text{C}$.

В раствор с содой прибавить 3–5 мл раствора аммиака. Теплые растворы солей слить при постоянном перемешивании, добавить по каплям раствор NH_4OH до прекращения выпадения осадка.

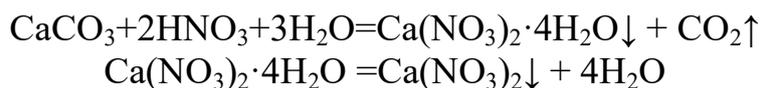
Полученный осадок MgCO_3 отфильтровать и высушить при температуре не выше 60°C до постоянной массы. Прокалить карбонат в муфельной печи при температуре $\sim 700^\circ\text{C}$ в течение 3–4 час.

Определить выход продукта (в % от теоретически возможного).

б) Получение нитрата кальция, тетрагидрата нитрата кальция

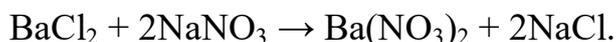
Мрамор растворяют в 15–20 %-ной азотной кислоте, которую берут в недостатке, раствор нагревают. Жидкость сливают с мрамора и фильтруют. Фильтрат частично выпаривают до полного испарения жидкости, охлаждают и помещают в эксикатор над серной кислотой. Ниже 44°C кристаллизуется тетрагидрат нитрата кальция. Его высушивают между листами фильтровальной бумаги и хранят в хорошо закрытой склянке. Кристаллогидрат высушивают при 200°C в муфельной печи, получая безводную соль.

Уравнение реакции:



в) Получение нитрата бария

В основе синтеза лежит обменное взаимодействие:



Растворяют при нагревании 25 г хлорида бария в 50 мл воды и 8,5 г нитрата натрия в 9 мл воды. Горячие растворы сливают, выпавший кристаллический осадок отфильтровывают, промывают на фильтре небольшим количеством холодной воды и просушивают при 60-80°C.

Определить выход продукта (в % от теоретически возможного).

Рассмотреть кристаллы полученной соли в микроскоп, зарисовать их форму.

г) Получение ортофосфата цинка, кристаллогидратов

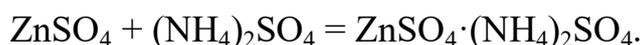
Растворяют 2,5 г гидрофосфата натрия $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 100 мл воды и 5,8 г сульфата цинка $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в 400 мл воды. Затем эти растворы сливают. Выпавший осадок ортофосфата цинка $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ отфильтровывают, промывают небольшим количеством горячей воды до исчезновения в промывных водах сульфат-иона.

Кристаллогидрат ортофосфата цинка представляет собой бесцветный кристаллический порошок, плохо растворимый в воде (растворимость при нагревании уменьшается), при 100 °C теряет две молекулы воды, превращаясь в дигидрат $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, а при 190 °C образуется моногидрат $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, и выше 250 °C получается безводная соль $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$.

Определить выход продукта (в % от теоретически возможного).

д) Получение цинкаммонийсульфата

Эквимолекулярные количества сульфата цинка и сульфата аммония растворяют в минимальном количестве горячей воды. Раствор, если необходимо, фильтруют через воронку горячего фильтрования и фильтрат охлаждают:



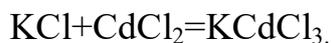
Выделившийся осадок отфильтровывают и сушат между листами фильтровальной бумаги.

Цинкаммонийсульфат $\text{ZnSO}_4 \cdot ((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - бесцветное, хорошо растворимое в воде кристаллическое вещество. На воздухе соль постепенно выветривается, поэтому ее следует хранить в хорошо закрытой склянке.

Определить выход продукта (в % от теоретически возможного).

е) Получение хлорида калия-кадмия, гидрата и безводной соли

Приготавливают насыщенные горячие растворы хлоридов кадмия и калия, взятых в соответствии с уравнением реакции:



Растворы этих веществ сливают и охлаждают до 36,5°C. При этом выпадает безводная соль KCdCl_3 . Безводную соль необходимо профильтровать при температуре выше 36,5°C. На воздухе она устойчива.

Определить выход продукта (в % от теоретически возможного).

Контрольные вопросы

1. Как определить выход продукта в % от теоретически возможного?
2. Что общего между всеми проведенными реакциями?
3. При какой температуре кристаллизуется тетрагидрат нитрата кальция?
4. Как отфильтровывают осадки?
5. При какой температуре прокаливают осадок $MgCO_3$?
6. Где применяются полученные вещества?

Лабораторная работа № 4

Элементы третьей группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов третьей группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: октадекагидрат сульфата алюминия $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$, сульфат аммония $(NH_4)_2SO_4$, тетраборат натрия $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ («бура»), соляная кислота HCl , этиловый спирт C_2H_5OH .

Оборудование, посуда, материалы: термостойкие химические стаканы емкостью 100 и 250 см³, бумажные фильтры, водяная баня, фарфоровые чашки, электроплитка, лабораторные весы, мерный цилиндр, термометр, воронки, воронка Бюхнера, стеклянные палочки, фильтры «белая лента», листы фильтровальной бумаги, баня со льдом, промывалки, ступка, пестик, вакуумный насос, индикаторная лента.

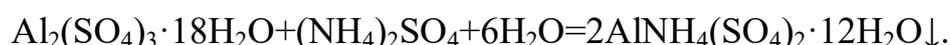
Порядок выполнения работы

а) Получение додекагидрата сульфата алюминия-аммония

В термостойком химическом стакане емкостью 100 мл готовят 30%-й раствор октадекагидрата сульфата алюминия, кристаллы растворяют в воде при нагревании.

В другом стакане готовят 20%-й раствор сульфата аммония, раствор нагревают (*не кипятить!*).

Уравнение реакции:



Оба приготовленных раствора, не охлаждая, отфильтровывают через складчатые фильтры для удаления механических примесей. После этого смешивают полученные растворы в фарфоровой чашке и упаривают смесь на во-

дяной бане до появления на поверхности жидкости пленки кристаллов. Затем смесь охлаждают.

Выпавшие при охлаждении кристаллы отделяют от маточного раствора вакуумным фильтрованием. Высушивают продукт на воздухе.

б) Получение борной кислоты

Работа рассчитана на получение 2-4 г ортоборной кислоты:



В предварительно взвешенном химическом стакане емкостью 100 см³ взвешивают рассчитанное количество буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, приливают 20 см³ дистиллированной воды и при постоянном перемешивании стеклянной палочкой и небольшом нагревании растворяют буру (1).

К раствору соли приливают при помешивании соляную кислоту HCl (20 %) (2), взятый с 20 %-ным избытком по сравнению с вычисленным по уравнению реакции. При помощи индикаторной бумаги измеряют pH раствора. Если среда слабокислая, то к реакционной смеси необходимо прибавить еще 2-5 см³ соляной кислоты. Если среда в растворе сильнокислая (3), то стакан с реакционной смесью помещают в кристаллизатор со смесью льда и воды (4). Выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом, промывают 10 см³ ледяной дистиллированной воды (5), затем 10 см³ этилового спирта (6), сушат до постоянной массы (7).

в) Перекристаллизация тетрабората натрия

Провести очистку буры от примесей методом перекристаллизации. Основными этапами очистки являются:

- приготовление насыщенного раствора при температуре 60°C раствора;
- быстрое фильтрование раствора, его охлаждение;
- отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора;
- промывание;
- сушка.

Взвесьте на лабораторных весах 40 г растертого в ступке тетрабората натрия. Поместите навеску соли в химический стакан, отмерьте цилиндром 200 мл дистиллированной воды и перелейте в стакан с бурой. Стакан с содержимым нагревайте на электрической плитке до 60 °C, помешивая раствор стеклянной палочкой.

Для отделения нерастворимых примесей профильтруйте раствор через складчатый фильтр в другой стакан. При этом не допускайте охлаждения раствора и выделения кристаллов на фильтре. Если они выделяются, переведите их в раствор, действуя небольшими порциями горячей воды. Раствор постоянно помешивают стеклянной палочкой.

После фильтрования охладите фильтрат до комнатной температуры, а затем в бане со льдом до 0 °C. Раствор все время помешивают.

После образования кристаллов раствор фильтруют в воронке Бюхнера на фильтре и сушат между листами фильтровальной бумаги в течении 2-3 суток. После этого буру растирают в ступке.

Определите выход перекристаллизованного вещества в процентах к исходной навеске.

Контрольные вопросы

1. Какую роль в данном случае играет нагревание?
2. Как можно измерить плотность раствора?
3. Какие значения рН соответствуют сильноокислой среде?
4. Зачем требуется охлаждение?
5. Зачем проводится эта операция? Почему используют охлажденную воду? Можно ли использовать для промывания больший объем воды?
6. Зачем проводят промывание этанолом?
7. Какие условия сушки необходимо соблюдать?
8. Из каких стадий состоит очистка тетрабората натрия?

Лабораторная работа № 5

Элементы четвертой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов четвертой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: ацетат свинца $Pb(CH_3COO)_2$, тиомочевина $CS(NH_2)_2$, сульфат меди $CuSO_4$, гидрокарбонат натрия $NaHCO_3$, гидроксида натрия $NaOH$ (концентрированный раствор), раствор хлорида бария $BaCl_2$, раствора аммиака NH_4OH .

Оборудование, посуда, материалы: термостойкие химические стаканы емкостью 150 см³, электроплитка, бумажные фильтры, промывалки, воронки, вакуумный насос, центрифуга.

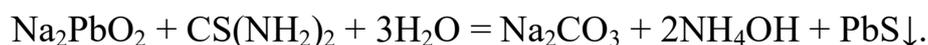
Порядок выполнения работы

а) Получение сульфида свинца

В 100 мл воды растворяют 7,5 г ацетата свинца и добавляют по каплям при взбалтывании концентрированный раствор гидроксида натрия до растворения выпавшего гидроксида свинца (II):



К этому раствору приливают раствор 1,7 г тиомочевины в 100 мл воды. Смесь при помешивании медленно нагревают и кипятят в течение нескольких минут:



Черный кристаллический осадок сульфида PbS отфильтровывают, промывают холодной водой и высушивают при 50-60 °С. На воздухе сульфид свинца устойчив.

б) Получение гидрокарбоната меди (II)

Синтез рассчитан на получение 3-4 г гидрокарбоната меди (II) $(\text{CuOH})_2\text{CO}_3$ взаимодействием сульфата меди и гидрокарбоната натрия в водном горячем растворе (1).

Медный купорос и гидрокарбонат натрия тонко измельчают по отдельности, тщательно смешивают и еще раз тщательно измельчают (2). Следует учесть, что гидрокарбонат следует брать с 10 %-ным избытком по отношению к уравнению реакции:



Полученную смесь медленно (3) при непрерывном перемешивании (4) вносят в горячую, но не кипящую воду (5), которую берут из расчета 2 дм³ воды на 1 моль сульфата меди. После добавления последней порции смеси твердых веществ образовавшуюся суспензию выдерживают при нагревании и перемешивании 10-15 минут. По окончании реакции (6) осадку дают отстояться, затем промывают его водой методом декантации до удаления сульфат-иона (проверка – проба с раствором хлорида бария, подкисленным соляной кислотой) (7). Промытый осадок взмучивают с 20 см³ воды, добавляют несколько капель раствора аммиака (8), дают отстояться, жидкость декантируют, осадок промывают 2- 3 раза горячей водой, затем отделяют от жидкости фильтрованием под вакуумом или при помощи центрифуги. Препарат рекомендуется сушить сначала между листами фильтровальной бумаги, а затем при температуре 90 °С до постоянной массы (9).

Контрольные вопросы

1. Укажите тип реакции, лежащей в основе данного синтеза.
2. Для чего требуется измельчение веществ?
3. Почему смесь солей нужно вносить в горячую воду частями, медленно?
4. Почему требуется непрерывное перемешивание?
5. Какие побочные процессы могут протекать при использовании в работе кипящей воды? Что должно наблюдаться при этом?
6. По какому признаку можно судить об окончании реакции?
7. Почему рекомендуются такие условия сушки?
8. Как проверить полноту разложения соли?

Лабораторная работа № 6

Элементы пятой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов пятой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: йод, 3 % раствор пероксида водорода H_2O_2 , 10 % и концентрированные растворы аммиака NH_4OH , хлорид магния $MgCl_2$, хлорид аммония NH_4Cl , насыщенный раствор гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 , концентрированная азотная кислота HNO_3 , нитрат висмута $Bi(NO_3)_3$.

Оборудование, посуда, материалы: ступка и пестик, конические колбы на 100 см^3 , термостойкие химические стаканы емкостью 100 см^3 , воронки, бумажные фильтры, фарфоровые чашки, промывалки, электроплитка.

Порядок выполнения работы

а) Получение иодида аммония

К растертому в порошок йоду, взятому в количестве 10 г, приливают из конической колбы 60 мл раствора пероксида водорода (3 %-ный) и 28 мл раствора аммиака (10 %-ный).

В результате реакции должен получиться прозрачный раствор иодида аммония:

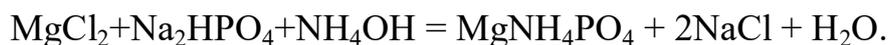


Если раствор окрашен в желтый цвет, к нему приливают еще некоторое количество пероксида водорода. Раствор кипятят, фильтруют и выпаривают в фарфоровой чашке до образования бесцветных или слабоокрашенных кристаллов.

б) Получение магнийаммонийфосфата

В 100 мл воды растворяют 6-7 г хлорида магния, прибавляют 10-15 г хлорида аммония и 20-25 мл раствора аммиака.

Раствор немного подогревают, если нужно, профильтровывают и после охлаждения добавляют к нему 20-25 мл насыщенного раствора гидрофосфата натрия:



Белый кристаллический осадок, магнийаммонийфосфата $MgNH_4PO_4$ отфильтровывают, промывают водой и высушивают при $40-50^\circ\text{C}$. Около 100°C соль частично теряет аммиак.

в) Получение фосфата висмута

В воде, сильно подкисленной азотной кислотой, готовят насыщенный раствор на 5 г нитрата висмута и к нему добавляют насыщенный раствор из 2,5 г гидрофосфата натрия:



Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают при 50-60 °С. Отсутствие осадка указывает на то, что раствор был сильно подкислен. В этом случае к нему нужно добавить некоторое количество воды, нагреть и оставить кристаллизаться.

Контрольные вопросы

1. Записать уравнения реакции методом электронного баланса.
2. Какие меры предосторожности необходимо выполнять при работе с аммиаком?
3. Какого цвета имеют кристаллы йодида аммония?
4. Укажите причину отсутствия осадка при получении фосфата висмута?
5. Для чего требуется охлаждение?

Лабораторная работа № 7

Элементы шестой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов шестой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, сульфит натрия Na_2SO_3 , концентрированная серная кислота H_2SO_4 , азотная кислота 70-80 %, перманганат калия KMnO_4 , хлорат калия KClO_3 , оксид марганца MnO_2 , этиловый спирт $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Оборудование, посуда, материалы: термостойкие химические стаканы емкостью 100 см³, бумажные фильтры, воронки, сушильный шкаф, пробирки, газоотводные трубки, вата, спиртовки, штативы, индикаторная лента, стеклянные палочки, круглодонные колбы, обратный холодильник, электроплитка, вакуумный насос.

Порядок выполнения работы

а) Получение оксида хрома (VI)

В стакан вместимостью 50 см³ поместите 2,5 г дихромата калия и растворите в 6 мл воды. В мерный цилиндр налейте 10 см³ концентрированной серной кислоты и при перемешивании стеклянной палочкой прилейте ее к раствору дихромата калия. Раствор охлаждают и оставляют стоять в течение 2-3 ч:

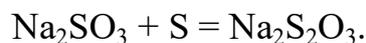


Выпавшие темно-красные игольчатые кристаллы отфильтровывают на стеклянном фильтре. Затем осадок высушивают при 90-100 °С.

б) Получение пентагидрата тиосульфата натрия

Для синтеза требуется 2-3 г сульфита натрия.

Навеску сульфита натрия растворяют в 20 см³ воды, при помощи индикаторной бумаги измеряют рН раствора (1). Порошок серы, взятой в двукратном избытке от стехиометрического количества (2), измельчают (3), смачивают несколькими каплями этилового спирта (4) и с помощью стеклянной палочки переносят ее в раствор сульфита натрия. Уравнение реакции:



Собирают прибор, состоящий из круглодонной колбы, обратного холодильника (5) и электроплитки (рис. 24). Смесь нагревают в течение 45-60 минут (6).

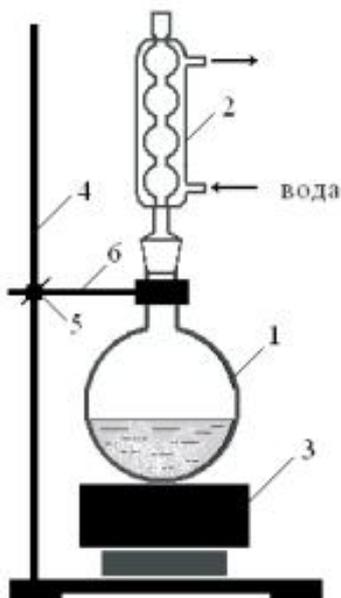


Рис. 24. Схема прибора для получения тиосульфата:

- 1 – круглодонная колба;
- 2 – обратный холодильник;
- 3 – нагревательный прибор (электроплитка);
- 4 – штатив; 5 – муфта; 6 – лапка

Полученную суспензию фильтруют через складчатый фильтр (7). Необходимо учесть, что $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ уже при $40\text{ }^\circ\text{C}$ плавится в своей кристаллизационной воде (8), а при более высокой температуре разлагается (9). При охлаждении из раствора выделяются кристаллы. Поскольку $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ склонен к образованию пересыщенных растворов, для ускорения кристаллизации в раствор вносят затравку – кристаллик тиосульфата натрия.

Выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом, тщательно сушат между листами фильтровальной бумаги и взвешивают.

в) Получение кислорода

Кислород получают разложением перманганата калия при нагревании:



Для получения кислорода собирают прибор, приведенный на рис. 25.

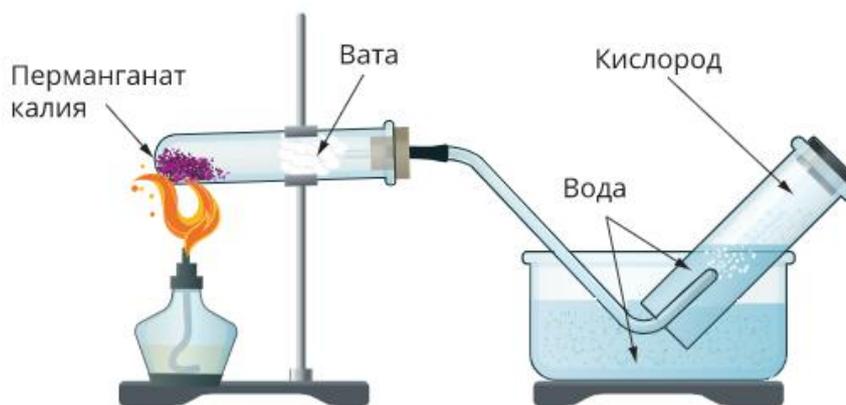


Рис. 25. Прибор для получения кислорода из перманганата калия

Взвешивают 5 г перманганата калия и вносят в сухую пробирку. Пробирку с содержимым взвешивают (масса а), затем ближе к отверстию помещают рыхлый комочек ваты и закрывают пробкой с газоотводной трубкой. Затем закрепляют пробирку под наклоном в лапке штатива и осторожно нагревают пробирку по всей ее длине.

Образующийся в ходе разложения соли кислород собирают методом вытеснения воды. Для этого цилиндр (банку, колбу), предназначенный для собирания газа, предварительно заполняют водой, затем закрывают стеклянной пластинкой или пробкой, опускают вниз отверстием в стеклянную ванну, в которую налита вода, и открывают под водой отверстие цилиндра (рис. 25).

Нагревают пробирку до полного разложения перманганата калия и прекращения выделения газа. По окончании опыта сначала вынимают газоотводную трубку из воды и лишь затем отставляют спиртовку.

Пробирке с продуктами разложения дают охладиться до комнатной температуры, после чего взвешивают (масса b). Разность ($a-b$) дает массу выделившегося кислорода. Вычислите выход кислорода в процентах от теоретического.

Контрольные вопросы

1. Как получают кислород в промышленности и в лаборатории? Запишите уравнения соответствующих реакций.
2. Вычислите плотность кислорода по воздуху, сделайте вывод о том, можно ли собрать чистый кислород методом вытеснения воздуха?
3. Как это сделать?
4. Что может произойти в случае, если сначала прекратить нагревание до того, как убрать газоотводную трубку?
5. Составьте уравнение реакции разложения нитрата калия.
6. Чем можно заменить бертолетову соль или перманганат калия в случае их отсутствия в лаборатории?

Лабораторная работа № 8

Элементы седьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов седьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

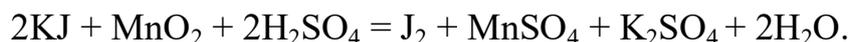
Реактивы: иодид калия KI, оксид марганца (IV) MnO_2 , концентрированная серная кислота H_2SO_4 , хлорид натрия NaCl, 0,1 М раствор гидроксида натрия NaOH.

Оборудование, посуда, материалы: ступка и пестик, фарфоровые чашки, часовые стекла, электроплитка, круглодонные колбы, шпатели, бюксы, эксикатор, штативы, капельная воронка,

Порядок выполнения работы

а) Получение йода

Образование кристаллов йода идет по уравнению:



Отвесить по 0,5 г йодида калия и оксида марганца (IV), пересыпать в тигель и перемешать стеклянной палочкой. Поставить тигель со смесью на фарфоровый треугольник, налить 3-4 капли концентрированной серной кислоты и закрыть тигель маленькой колбой, наполненной холодной водой. Колбу закрепить в лапке штатива. Тигель слабо нагреть в течение нескольких минут. Кристаллы йода шпателем собирают в предварительно взвешенный бюкс и сушат

до постоянной массы в эксикаторе. Полученный йод собрать в бюкс и взвесить. Вычислить выход в процентах.

б) Получение хлороводородной кислоты

Синтез рассчитан на использование 15-20 г поваренной соли.

Вычисляют объем концентрированной серной кислоты (98 %, $1,835 \text{ г/м}^3$) (1), необходимый для проведения реакции с учетом того, что при слабом нагревании реакционной смеси образуется преимущественно кислая соль, а кислоту требуется взять с 30 %-ным избытком по отношению к количеству, рассчитанному по уравнению реакции.

Синтез проводят в приборе, изображенном на рис. 26.

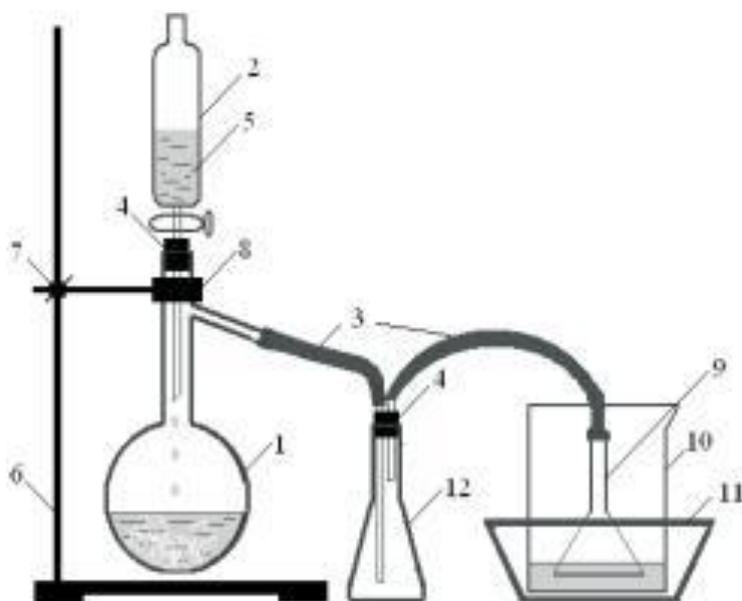


Рис. 26. Прибор для получения хлороводорода:

- 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – соединительные трубки;
- 4 – резиновые пробки; 5 – серная кислота; 6 – штатив; 7 – муфта;
- 8 – лапка; 9 – воронка; 10 – стакан с водой;
- 11 – кристаллизатор со смесью льда и воды;
- 12 – предохранительная колба или склянка

Для этого колбу 1, закрепленную на штативе, помещают заданную массу хлорида натрия (поваренной соли), концентрированную серную кислоту вливают в капельную воронку 2 (при этом проследите за тем, чтобы кран был закрыт), подсоединяют предохранительную склянку 12 (2) и стакан 10 (емкостью 400 см^3) и 50 см^3 дистиллированной воды.

Необходимо следить, чтобы воронка 9 была погружена в жидкость на глубину 0,5 см (3). Стакан с водой охлаждают в смеси льда и воды (4).

Из капельной воронки по каплям (5) приливают серную кислоту к поваренной соли. Если реакция взаимодействия соли и кислоты замедляется, колбу с реакционной смесью можно слегка подогреть.

По окончании реакции измеряют объем (6) полученного раствора и его плотность (7) и по справочнику определяют массовую долю HCl или его молярную концентрацию. Если содержание HCl в полученном растворе составляет более 0,3 моль/дм³, часть раствора следует разбавить до достижения концентрации 0,1-0,3 М (8–9) и оттитровать разбавленный раствор 0,1 М раствором гидроксида натрия (10).

Основываясь на результатах титрования, вычисляют массу хлороводорода, полученную в ходе синтеза и выход хлороводорода (%).

Контрольные вопросы

1. Почему для синтеза используется сухой тигель?
2. Какая посуда требуется для растирания соли? С какой целью проводится измельчение?
3. Какое вещество в данной реакции является окислителем?
4. Для чего это нужно?
5. Почему йод требуется хранить в бюксе (сосуде с плотно притертой крышкой)? Зачем бюкс предварительно взвешивают?
6. Какой реактив используется для обнаружения йода?
7. Объясните, что произошло. Напишите уравнение реакции окисления йода хлорной водой, уравняйте ионно-электронным методом.
8. Можно ли для получения хлороводорода использовать разбавленный раствор серной кислоты; раствор поваренной соли? Почему?
9. Каково назначение предохранительной склянки? Какими примесями может быть загрязнен полученный раствор, если его не использовать? При помощи каких качественных реакций можно удостовериться в наличии или отсутствии этих примесей?
10. Почему при поглощении хлороводорода водой газоотводную трубку нельзя погружать в воду? Для чего используется воронка?
11. Для чего требуется охлаждение?
12. Почему серную кислоту требуется приливать к соли именно по каплям?

Лабораторная работа № 9

Элементы восьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева

Цель работы: получение веществ из элементов восьмой группы периодической системы Д.И. Менделеева.

Реактивы: сульфат железа (II) FeSO₄, сульфат аммония (NH₄)₂SO₄, раствор разбавленной серной кислоты H₂SO₄, концентрированный раствор хлорида

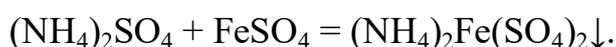
никеля NiCl_2 , раствор аммиака NH_4OH (концентрированный), сульфат кобальта (II) CoSO_4 , гидрокарбонат натрия NaHCO_3 , этиловый спирт $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Оборудование, посуда, материалы: термостойкие химические стаканы емкостью 100 см^3 , воронки, термометр, фарфоровые чашки, стеклянные палочки, электроплитка, промывалки, бумажные фильтры клапан Бунзена, конические колбы вместимостью 250 см^3 .

Порядок выполнения работы

а) Получение двойного сульфата железа и аммония

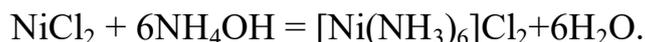
Взаимодействие сульфатов железа (II) и аммония протекает по уравнению реакции:



Для получения $100,00 \text{ г}$ гексагидрата сульфата железа (II)-аммония требуется $70,90 \text{ г}$ гептагидрата сульфата железа (II) и $33,70 \text{ г}$ сульфата аммония. Вещества отдельно растворяют в горячей воде, затем оба раствора сливают в одну емкость, тщательно смешивая. При охлаждении или испарении начинает кристаллизоваться двойная соль. Во время охлаждения раствор рекомендуется перемешивать. Выпавший кристаллический осадок промывают один раз холодной водой и высушивают при $50-60 \text{ }^\circ\text{C}$. Двойной сульфат железа (II) и аммония $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ имеет светло-голубоватый цвет, на воздухе устойчив.

б) Получение хлорида гексаамминникеля (II)

К концентрированному раствору хлорида никеля приливают в избытке концентрированный раствор аммиака до растворения гидроксида никеля:



Раствор профильтровывают и к фильтру добавляют отдельными порциями при взбалтывании концентрированный раствор аммиака, насыщенный хлоридом аммония. Через некоторое время сине-фиолетовый осадок отфильтровывают, промывают небольшим количеством концентрированного раствора аммиака. Соль сушат между листами фильтровальной бумаги.

в) Получение карбоната кобальта (II)

Для получения $1-1,5 \text{ г}$ карбоната кобальта готовят насыщенные при $0 \text{ }^\circ\text{C}$ растворы соли кобальта (II) и растворимого гидрокарбоната (1). Можно использовать сульфат кобальта и гидрокарбонат натрия. Гидрокарбонат берут с 20% -ным избытком относительно стехиометрического количества. Уравнение реакции:



Приготовленный раствор гидрокарбоната насыщают углекислым газом (2) и при постоянном перемешивании, порциями (3), приливают к раствору соли кобальта, находящемуся в колбе. После смешивания растворов колбу закрывают пробкой со вставленной в нее клапаном Бунзена (4) и продолжают перемешивание реакционной смеси еще 15–20 минут, до полного осаждения ионов Co^{2+} (5).

Образовавшийся осадок отделяют от маточного раствора (6), промывают водой до нейтральной реакции (7), затем этиловым спиртом и сушат при 35–40 °С (8).

Контрольные вопросы

1. Как можно приготовить насыщенные растворы?
2. Предложите схемы приборов для насыщения раствора углекислым газом и реакции для получения CO_2 .
3. Какой побочный процесс при этом протекает, если одним из продуктов его является углекислый газ? Запишите уравнение этого процесса.
4. Какова роль клапана Бунзена?
5. Каким образом можно определить присутствие в растворе ионов кобальта?
6. Какими способами можно отделить осадок от раствора?
7. Каким образом можно определить реакцию промывной воды?
8. Что может происходить с карбонатами при нагревании?

6 КОНТРОЛЬНО-ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

6.1 Примеры контрольных задач

1. Какой объем серной кислоты с массовой долей 0,96 (плотность 1,834) потребуется для приготовления 10 мл 0,5 М раствора. Какими приборами и посудой можно измерить данный объем и как определить плотность полученного раствора для дальнейших перерасчетов.

2. Аммиак в диапазоне температур $-78 - 33$ °С находится в жидком состоянии. Предложите варианты конструкции лабораторной установки для синтеза амида кальция по реакции кальция с жидким аммиаком. Что экономичнее и удобнее – повышать давление в установке или использовать охлаждение? Какие охладители или охлаждающие смеси можно использовать для сжижения аммиака?

3. Растворимость сульфата аммония при 20 °С равна 75,4 г в 100 г воды. Чему равна массовая доля $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ в насыщенном растворе?

4. Какие химические процессы могут протекать при бромировании оксида алюминия в присутствии угля? Нарисуйте схему установки бромирования в протоке с подачей брома потоком инертного газа.

5. Почему растворы солей железа (III), подвергающиеся гидролизу, готовят в следующем порядке: сначала подкисляют воду, а затем растворяют в ней соль? Почему нельзя растворить соль, а затем уже подавлять ее гидролиз подкислением раствора?

6. Для перекристаллизации дихромата калия приготовили при 80 °С 500 г 40 % раствора. При охлаждении температуру понизили до 10 °С. Рассчитайте процент выхода, если после кристаллизации и высушивания образовалось 150 г бихромата калия.

7. Из технического карбоната натрия при 60 °С приготовили 250 г 30 % раствора безводного карбоната. Раствор отфильтровали, фильтрат охладили до 0 °С. Сколько кристаллогидрата $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ образуется при кристаллизации?

8. Приготовили 200 г 9 % раствора оксалата аммония при 70 °С. Раствор охладили до 0 °С. При кристаллизации масса $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ составила 12 г. Вычислите % выхода оксалата аммония.

9. Приготовили 150 г 23 % раствора буры при 80 °С. Раствор отфильтровали и охладили до 10 °С. После отсасывания и высушивания получили 50 г декагидрата. Рассчитайте процент выхода буры.

10. Предложите проект установки для получения безводного фторида марганца (IV). Объясните, какие материалы и приборы вы используете для изготовления установки синтеза, как вы будете обеспечивать герметичность реактора, дозировку и расход фтора, чистоту продуктов, безопасность лиц, работающих на установке?

11. Рассчитайте массу нитрата натрия, который выкристаллизуется из его насыщенного при 80 °С раствора в результате охлаждения до температуры 20

°С, если для приготовления исходного раствора была использована загрязнённая соль массой 25,5 г. (При проведении расчётов массой примесей пренебречь).

12. 40 г безводной буры растворены при 70 °С в 200 мл воды. Сколько буры выкристаллизуется при понижении температуры до 10 °С? Пересчитайте на кристаллогидрат. Каков процент выхода по отношению к теоретическому, если после кристаллизации и высушивания получилось 62 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$.

13. 21,42 г безводного оксалата аммония растворены в 200 мл воды при 50 градусах. Сколько граммов безводной соли выкристаллизуется при понижении температуры до 0 °С? Пересчитайте на кристаллогидрат. Определите процент выхода, если после кристаллизации и высушивания образовалось 16 г моногидрата.

14. При 70 °С растворяют 30 г безводной щавелевой кислоты в 50 мл воды. Сколько граммов щавелевой кислоты выкристаллизуется при понижении температуры до 0 °С? Пересчитайте на кристаллогидрат щавелевой кислоты. Рассчитайте процент выхода, если после кристаллизации и высушивания образовалось 25 г дигидрата.

15. При 60 °С приготовлен насыщенный раствор дихромата калия в 150 мл воды. Сколько граммов дихромата калия выкристаллизуется при понижении температуры до 20 °С? Определите процент выхода дихромата калия, если после кристаллизации и высушивания получилось 42 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

16. 6,5 г борной кислоты растворены при 70 °С в 150 мл воды. Сколько борной кислоты выкристаллизуется при понижении температуры до 10 °С? Определите процент выхода кислоты, если после кристаллизации и высушивания образовалось 118,5 г H_3BO_3 .

17. 90 г безводного карбоната натрия растворены в 200 мл воды при 60 °С. При кристаллизации раствора температуру понизили до 0 °С. Определить процент выхода, если масса чистого $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ после кристаллизации оказалась равной 150 г.

18. При очистке сульфата натрия приготовлено при 70 °С 100 г 30 % раствора (при пересчете на безводный Na_2SO_4), Сколько сульфата натрия выкристаллизуется при понижении температуры до 10 °С? Пересчитайте на водный сульфат натрия.

19. Необходимо очистить 10,0 г вещества, растворимость которого составляет 7,0 г на 100 г воды при 0 °С и 25,0 г на 100 г воды при 70 °С. Рассчитайте теоретический выход вещества.

20. Рассчитайте объём воды, необходимый для приготовления насыщенного при 40 °С раствора нитрата натрия, если масса данной соли равна 8,0 г.

6.2 Тестовые задания для проведения итоговой аттестации

Пример контрольной работы (тест из 30 вопросов). Критерии оценивания: за каждый правильный ответ – 1 балл. Выберите один правильный ответ из предложенных.

1. В аппарате Киппа при получении водорода проходит реакция:

- а) $\text{Fe} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{FeSO}_4 + \text{H}_2$,
- б) $\text{Cu} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CuSO}_4 + \text{H}_2$,
- в) $4\text{Zn} + 5\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 4\text{ZnSO}_4 + 4\text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{S}$,
- г) $\text{Zn} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{ZnSO}_4 + \text{H}_2$.

2. При получении водорода взаимодействием цинка с серной кислотой образуются примеси:

- а) H_2O , H_2S , HCl ,
- б) H_2O , H_2S , AsH_3 ,
- в) H_2O , H_2S , AsH_3 , Br_2 ,
- г) H_2O , H_2S , SbH_3 , SO_2 .

3. Для очистки водорода используют:

- а) стеклянный пористый фильтр,
- б) промывалка с концентрированным щелочным раствором KMnO_4 ,
- в) U-образная трубка с красным фосфором,
- г) промывалка с концентрированной азотной кислотой.

4. Почему ряд металлов, восстановление которых водородом с термодинамической точки зрения возможно, на практике получить не удается?

- а) так как образуются оксиды в газообразном состоянии,
- б) из-за низких температур кипения продукт улетучивается,
- в) слишком высоки температуры плавления металлов,
- г) очень мала скорость процесса.

5. Для восстановления оксидов водородом используется:

- а) муфельная электрическая печь, фарфоровый тигель,
- б) трубчатая электрическая печь, фарфоровая трубка и фарфоровая лодочка,
- в) U-образная стеклянная трубка и спиртовка,
- г) трубчатая электрическая печь, фарфоровая трубка и платиновая лодочка.

6. Почему процессы получения металлов с помощью водорода ведут при температурах больше $500 - 600 \text{ }^\circ\text{C}$?

- а) при низких температурах скорость процессов мала,
- б) при низких температурах равновесие смещено влево,

в) при невысоких температурах получаются металлы пиррофорном состоянии,

г) при низких температурах образуются оксиды в промежуточной степени окисления.

7. Рыхлые, хлопьевидные, студенистые, медленно осаждающиеся массы. Трудно поддаются отделению и промыванию. О каких осадках идёт речь:

- а) кристаллических,
- б) аморфных,
- в) зернистых.

8. Для получения хлора из соляной кислоты лучше использовать:

- а) перманганат калия,
- б) диоксид марганца,
- в) серную кислоту,
- г) бихромат калия.

9. Хлор, полученный окислением соляной кислоты перманганатом калия, загрязнен:

- а) H_2O , O_2 , HCl ,
- б) O_2 , H_2O ,
- в) O_2 , HCl ,
- г) CO_2 , KMnO_4 .

10. Зачем при хлорировании в лабораторных условиях используют аппарат Киппа с CO_2 ?

- а) для взаимодействия с примесями, загрязняющими хлор,
- б) для вытеснения хлора после охлаждения для осушения системы,
- в) для проверки на герметичность,
- г) для осушения системы.

11. Для поглощения избытка хлора применяют

- а) KMnO_4 ,
- б) H_2SO_4 ,
- в) KI ,
- г) KOH .

12. При хлорировании: хрома, кобальта, титана получается:

- а) CrCl_2 , CoCl_2 , TiCl_4 ,
- б) CrCl_2 , CoCl_2 , TiCl_2 ,
- в) CrCl_3 , CoCl_2 , TiCl_4 ,
- г) CrCl_3 , CoCl_3 , TiCl_4 .

13. Температуры кипения в ряду $\text{HF}-\text{HCl}-\text{HBr}-\text{HI} \dots$

- а) монотонно возрастают,
- б) монотонно уменьшаются,
- в) сначала уменьшаются, потом возрастают,
- г) сначала возрастают, потом уменьшаются.

14. Кислотные свойства в ряду HF-HCl-HBr-HI ...

- а) монотонно возрастают,
- б) монотонно уменьшаются,
- в) сначала уменьшаются, потом возрастают,
- г) сначала возрастают, потом уменьшаются.

15. Какие способы можно использовать для получения HI?

- а) из простых веществ,
- б) $KI + H_2SO_4$ (конц) = $HI + KHSO_4$,
- в) гидролиз $AlI_3 + H_2O = HI + Al(OH)_3$,
- г) гидролиз $PI_3 + H_2O = HI + H_3PO_3$.

16. Почему не используют реакцию: $KI + H_2SO_4$ (конц) = $HI + KHSO_4$:

- а) продукт загрязнен: I_2 , S, H_2S ,
- б) очень низкая скорость реакции,
- в) трудно разделить продукты,
- г) процесс идет со взрывом.

17. Зачем в установке применяют U-образные трубки, заполненные стеклянными бусами и влажным красным фосфором?

- а) для уменьшения температуры летящих газов,
- б) для поглощения паров брома (йода), не вступивших в реакцию,
- в) для поглощения паров воды,
- г) как пламегаситель.

18. Для чего используют ареометр?

- а) для фильтрования
- б) для взвешивания
- в) для измерения объема
- г) для определения плотности раствора.

19. Можно ли кристаллизовать из раствора при его пересыщении следующие кристаллогидраты:

- а) $Fe(NO_3)_2 \cdot 9H_2O$,
- б) $Na_2CO_3 \cdot 7H_2O$,
- в) $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$,
- г) $Na_2CO_3 \cdot H_2O$.

20. Какой из ионов имеет название катион «хлоронитротетраммин кобальта (+3)»:

- а) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4(\text{NO}_2)_4]^+$,
- б) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_3(\text{NO}_2)_2\text{Cl}]$,
- в) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4(\text{NO}_2)\text{Cl}]^+$,
- г) $[\text{Co}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2\text{Cl}_2]^-$.

21. Что обычно используют в качестве окислителя и в качестве катализатора при окислении иона Co^{2+} в аммиачном растворе?

- а) H_2O_2 и PbO_2 ,
- б) H_2O_2 и уголь активированный,
- в) O_2 воздуха и платину,
- г) O_2 и уголь активированный.

22. Какой из указанных процессов является процессом восстановления?

- а) $\text{WO}_3 \rightarrow \text{W}$,
- б) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{K}_2\text{CrO}_4$,
- в) $\text{MoO}_3 \rightarrow \text{MoO}_2$,
- г) $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \rightarrow \text{MoO}_3$.

23. Какие оксиды можно получить разложением солей аммония?

- а) Cr_2O_3 , V_2O_5 , MoO_3 ,
- б) CrO_3 , MoO_3 , WO_3 ,
- в) Fe_2O_3 , MnO_2 , CrO_3 ,
- г) FeO_3 , MnO_3 , CrO_3 .

24. Какие оксиды проявляют сильные окислительные свойства?

- а) CrO_3 , MoO_3 , WO_3 ,
- б) MoO_3 , WO_3 ,
- в) CrO_3 ,
- г) CrO_3 , MoO_3 .

25. Каково строение кристаллической решетки MoO_3 ?

- а) островная,
- б) слоистая из октаэдров,
- в) молекулярная,
- г) цепочечная из тетраэдров.

26. Основные способы получения оксидов Mo(VI) и W(VI) :

- а) разложение молибдатов и вольфраматов разложение нитратов,
- б) непосредственное соединение Э + O_2 ,
- в) разложение карбонатов,
- г) разложение нитратов.

27. Кристаллизация – это:

а) выделение вещества из раствора путём введения в раствор другого вещества, как правило хорошо растворимого в данном растворителе – выпаливателя,

б) переход вещества из газообразного, жидкого или твёрдого аморфного состояния в кристаллическое,

в) испарение твёрдого вещества с последующей конденсацией пара непосредственно в твёрдое вещество.

28. Установите соответствие между емкостью и её назначением: к каждой позиции, обозначенной буквой, подберите соответствующую позицию, обозначенную цифрой. Запишите в ответ цифры, расположив их в порядке, соответствующем буквам: а б в г

- | | |
|--------------------------|--|
| а) хлоркальциевая трубка | 1) составная часть прибора для перегонки |
| б) прямой холодильник | 2) разделение не смешивающихся жидкостей |
| в) делительная воронка | 3) постепенное добавление (по каплям) раствора |
| г) мерный цилиндр | 4) осушение газов |
| | 5) измерение объема растворов |

29. Установите соответствие между емкостью и её назначением: к каждой позиции, обозначенной буквой, подберите соответствующую позицию, обозначенную цифрой. Запишите в ответ цифры, расположив их в порядке, соответствующем буквам: а б в г

- | | |
|------------------------|--|
| а) пипетка | 1) составная часть прибора для перегонки |
| б) бюретка | 2) разделение не смешивающихся жидкостей |
| в) делительная воронка | 3) разбавление растворов кислот |
| г) колба Вюрца | 4) отбор раствора определенного объема |
| | 5) титрование |

30. Установите соответствие между емкостью и её назначением: к каждой позиции, обозначенной буквой, подберите соответствующую позицию, обозначенную цифрой. Запишите в ответ цифры, расположив их в порядке, соответствующем буквам: а б в г

- | | |
|-------------------------|---|
| а) обратный холодильник | 1) постепенное добавление (по каплям) раствора |
| б) мерный цилиндр | 2) конденсирование паров и возврат конденсата в реакционный сосуд |
| в) прямой холодильник | 3) составная часть прибора для перегонки |
| г) фарфоровая ступка | 4) измельчение твердых веществ |
| | 5) измерение объема растворов |

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполняя синтезы неорганических соединений, описанные в этом практикуме, обучающиеся закрепят теоретические знания и приобретут ценные экспериментальные навыки, получают эстетическое и интеллектуальное удовольствие от самостоятельного получения чистых химических веществ, наблюдения за их свойствами и творческого решения проблем, возникающих в ходе экспериментов.

После выполнения лабораторной работы обучающийся должен оформить отчет и защитить работу по контрольным вопросам. Отчет о работе оформляется в лабораторном журнале и включает:

- дату выполнения работы, ее номер и название, названия опытов;
- этапы выполнения опытов;
- изображение прибора или схемы установки, используемой в работе;
- расчетные формулы и расчеты;
- уравнения всех химических реакций;
- подробное описание наблюдаемых явлений, результаты опытов;
- комментарии и выводы.

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).

ГЛОССАРИЙ

Возгонка (сублимация) – превращение вещества при нагревании из твердого состояния непосредственно в пар без плавления.

Воронка Бюхнера представляет собой фарфоровую воронку с широкими отверстиями, предназначенную для фильтрации растворов при пониженном давлении.

Выпаривание – процесс концентрирования растворов твердых веществ путем частичного удаления растворителя при кипении.

Дистилляция (перегонка) — процесс разделения жидких смесей на фракции при кипении с последующим охлаждением и выделением веществ с определенной температурой кипения.

Капельница используется для введения реактивов (обычно индикаторов или концентрированных кислот) небольшими порциями по каплям.

Колба Бунзена – колба, предназначенная для фильтрации. Толстостенная, конической формы, в верхней части имеет отросток для соединения с вакуум-насосом или с линией вакуума. Приспособлена для работы под пониженным давлением.

Колба Эрленмейера — коническая колба, которую применяют при аналитических работах, в частности при титровании.

Колба Вюрца — круглодонная колба с припаянной к горлу стеклянной отводной трубкой. Используется как составная часть прибора для перегонки.

Колба Клайзена — предназначена для перегонки под обычным давлением или вакуумной перегонки. Представляет собой круглодонную колбу, от горла которой отходит второе горло, имеющее отводную трубку.

Кристаллизация — выделение кристаллов твердого вещества из раствора.

Круглодонная колба – наиболее универсальный сосуд для проведения химических реакций, обычно применяющийся в тех случаях, когда требуется продолжительное нагревание реакционной смеси.

Мерная колба служит для приготовления растворов точной концентрации и представляет собой плоскодонную колбу с длинным и узким горлом, на котором нанесена тонкая черта – граница, до которой надо наливать жидкость (напомним, что отсчет ведется по нижнему краю поверхности жидкости).

Мерные цилиндры представляют собой тонко или толстостенные стеклянные сосуды, которые для большей устойчивости имеют широкое основание (дно) или устанавливаются в пластмассовую подставку.

Обратный холодильник – полая стеклянная трубка с двойными стенками и отверстиями ввода и вывода для пропуска проточной воды в пространстве между стенками («водяную рубашку») и отвода.

Осаждение — метод разделения веществ, основанный на их различной растворимости; при упаривании раствора или добавлении осадителя малорастворимое соединение выпадает в осадок.

Отстаивание — механическое отделение твердых частиц под действием сил тяжести.

Охлаждающие смеси — системы двух или нескольких веществ, при смешении которых происходит понижение температуры вследствие поглощения теплоты.

Плавление — процесс перехода кристаллического твердого тела в жидкость.

Пипетка служит для точного отбора объемов жидкости. Бывают они двух типов – пипетки Мора и градуированные.

Пробирки градуированные широко используются в химических лабораториях для проведения некоторых химических реакций в малых объемах, определения объема образующихся осадков и для отбора проб химических веществ.

Тигельные щипцы необходимы для работы с тиглями и другой фарфоровой посудой, нагретой до высокой температуры.

Химический стакан обычно для приготовления растворов с заданной массовой долей растворенного вещества (когда большая точность не требуется) либо для химических реакций, допускающих проведение в открытом сосуде. Стаканы бывают с носиком и без, простые и калиброванные.

Фарфоровый тигель используется для прокаливания веществ при высоких температурах (вплоть до 800–1000 °С) на открытом пламени, в сушильном шкафу или в муфельной печи.

Фарфоровая чашка используется для упаривания и выпаривания растворов, в том числе и на открытом пламени.

Фильтрация — пропускание жидкости или газа через пористую перегородку, сопровождающееся отложением на ней взвешенных твердых частиц.

Эксикатор применяют для хранения и высушивания веществ, легко поглощающих влагу из воздуха.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

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. Неорганическая химия: В 3 т. / Под ред. Ю. Д. Третьякова. Т. 1: Физико-химические основы неорганической химии: Учебник для студ. высш. учеб. заведений / М.Е. Тамм, Ю. Д. Третьяков; — М.: Издательский центр «Академия», 2004. — 240 с. ISBN 5-7695-1446-9.
4. Основы неорганического синтеза : учебное пособие / Т. Г. Черкасова, О. А. Кузнецова, Н. Н. Чурилова, Т. М. Шевченко. — Кемерово : КузГТУ имени Т.Ф. Горбачева, 2012. — 110 с. — ISBN 978-5-89070-868-7. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/6647> (дата обращения: 29.03.2023). — Режим доступа: для авториз. пользователей.
5. Практикум по неорганической химии: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. Заведений / Под ред. Ю.Д. Третьякова. М.: Издательский центр "Академия", 2004. - 384 с. ISBN 5-7695-1568-6.
6. Карякин, Ю. В. Чистые химические вещества / Ю. В. Карякин, И. И. Ангелов. – 4-е изд. – М. : Химия, 1974. – 408 с.
7. Медяник, Н. Л. Качественный анализ : практикум [для вузов] / Н. Л. Медяник, Е. В. Тарасюк, Л. Г. Коляда ; Магнитогорский гос. технический ун-т им. Г. И. Носова. - Магнитогорск : МГТУ им. Г. И. Носова, 2020. - 1 CD-ROM. - Загл. с титул. экрана. - URL : <https://magtu.informsystema.ru/uploader/fileUpload?name=4336.pdf&show=dcatalogues/1/1542466/4336.pdf&view=true> (дата обращения: 03.04.2023). - Макро-объект. - Текст : электронный.
8. Качественный анализ катионов: методические указания к лабораторным работам по дисциплинам «Аналитическая химия» и «Экоаналитическая химия» для обучающихся по направления подготовки 29.03.03 «Технология полиграфического и упаковочного производства», 19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья», 20.03.01 «Техносферная безопасность» всех форм обучения. - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г. И. Носова, 2021. – 36 с.
9. Слета Л.А. Химия: Справочник.- Харьков: Фолио; Ростов н/Д: Феникс, 1997. – 496 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1

Растворимость веществ в воде при 20 °С

Вещество	Растворимость, г/100 г H ₂ O	Вещество	Растворимость, г/100 г H ₂ O
AgNO ₃	227,9	K ₂ Cr ₂ O ₇	12,3
Al ₂ (SO ₄) ₃	36,4	MgCl ₂	54,8
AlCl ₃	45,9	Na ₂ CO ₃	22,0
BaCl ₂	36,2	Na ₂ SO ₄	19,2
Ba(NO ₃) ₂	9,05	Na ₂ SO ₃	14,2
CaCl ₂	74,5	NaHCO ₃	9,59
CaCO ₃	13,0	NaNO ₃	87,6
CdCl ₂	114,1	NaOH	108,7
CoSO ₄	38,3	Na ₂ HPO ₄	14,5
CuSO ₄	20,5	Na ₂ B ₄ O ₇	2,5
FeCl ₃	91,9	(NH ₄) ₂ SO ₄	76,4
FeSO ₄	26,6	NH ₄ Cl	37,2
KOH	112,4	H ₃ BO ₃	4,87
KI	114,5	ZnSO ₄	54,1
KCl	34,0	NiCl ₂	64,0
KClO ₃	7,3	NiSO ₄	38,4
KMnO ₄	6,36	Pb(CH ₃ COO) ₂	55,2

Таблица 2

Плотность воды при разных температурах

Температура, °С	Плотность, г/см ³	Температура, °С	Плотность, г/см ³
0	0,99987	51	0,98765
2	0,99997	52	0,9872
4	1,00000	54	0,9862
6	0,99997	56	0,9853
8	0,99988	58	0,9843
10	0,99973	60	0,9832
12	0,99953	62	0,9822
14	0,99927	64	0,9811
16	0,99897	66	0,9801
18	0,99862	68	0,9789
20	0,99823	70	0,9778
22	0,99780	72	0,9767
24	0,99733	74	0,9755
26	0,99681	76	0,9743
28	0,99626	78	0,9731
30	0,99568	80	0,9718
32	0,99506	82	0,9706
34	0,99440	84	0,9693
36	0,99372	86	0,9680
38	0,99300	88	0,9667
40	0,99225	90	0,9653
42	0,99147	92	0,9640
44	0,9907	94	0,9626
46	0,9898	96	0,9612
48	0,9890	98	0,9598
50	0,9881	100	0,9584

Учебное текстовое электронное издание

**Тарасюк Елена Владимировна
Луговая Алена Александровна
Коляда Людмила Григорьевна**

НЕОРГАНИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ

Практикум

Ответственность за содержание возлагается на авторов
Издается полностью в авторской редакции

1,82 Мб
1 электрон. опт. Диск
Тираж 20 экз.

г. Магнитогорск, 2023 год
ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова»
Адрес: 455000, Россия, Челябинская область, г. Магнитогорск,
пр. Ленина 38

ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный
технический университет им. Г.И. Носова»
Библиотечно-информационный комплекс