

ВЫСШЕЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ ОБРАЗОВАНИЕ

В.П. Зломанов, Р.В. Панин, И.Н. Один

ПРАКТИКУМ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

II СЕМЕСТР

Пособие

для студентов химического факультета

Бакинского филиала МГУ имени М.В. Ломоносова

Москва - Баку 2010

Одобрено методической комиссией кафедры неорганической химии

Оригинальное издание: Практикум по неорганической химии:
Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / В. А. Алешин, К. М. Дунаева, А. И. Жиров, Ю. М. Киселев, Ю. М. Корнев, Н. А. Субботина, М. Е. Тамм. Под ред. Ю.Д.Третьякова — М.: Издательский центр «Академия», 2004. — 384 с. 18БК 5-7695-1568-6.

Переработку материалов в соответствии с программой обучения студентов химического факультета Бакинского филиала МГУ имени М.В. Ломоносова провели В.П. Зломанов, Р.В. Панин, И.Н. Один.

Москва – Баку 2010 г.

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Данное пособие представляет собой переработку издания практикума по неорганической химии, выполненную коллективом авторов (В.П. Зломанов, Р.В. Панин, И.Н. Один) с учетом опыта преподавания неорганической химии на химическом факультете Бакинского филиала МГУ имени М.В. Ломоносова. Авторы постарались сохранить последовательность описания материала и стиль изложения оригинального издания. Что касается содержания, то по сравнению с оригинальным изданием были внесены следующие изменения:

1) исключены эксперименты, проведение которых связано с повышенной опасностью или ядовитостью соответствующих соединений (щелочные металлы и их оксиды, ртуть, триоксид хрома и хлористый хромил, карбонил никеля, синтезы с использованием жидкого диоксида азота, брома и др.);

2) произведена существенная стилистическая переработка текста с целью более ясного выделения целей и задач каждого эксперимента, а также четкого порядка и последовательности выполнения опыта;

3) усилен акцент на проведение экспериментов, характеризующих определенные тенденции в изменении свойств (кислотно-основных, окислительно-восстановительных) основных групп соединений, и напротив, некоторые однотипные пробирочные опыты переведены в категорию «групповой опыт» или «один опыт на трех студентов».

В конце пособия приведено описание неорганических синтезов, рекомендованных студентам химического факультета Бакинского филиала МГУ имени М.В.Ломоносова в качестве эквивалента экспериментальной части курсовой работы по неорганической химии.

Авторы будут признательны за любые ценные комментарии, касающиеся улучшения данного пособия.

ПРОГРАММА ПРАКТИКУМА ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ ДЛЯ СТУДЕНТОВ ХИМИЧЕСКОГО ФАКУЛЬТЕТА БАКИНСКОГО ФИЛИАЛА МГУ ИМЕНИ М.В.ЛОМОНОСОВА (II СЕМЕСТР)

I. ЩЕЛОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

1. Получение гидроксида натрия из карбоната натрия.
2. Получение и свойства гидрокарбоната натрия.
3. Получение и свойства карбоната натрия.
4. Малорастворимые соли лития и калия (*групповой опыт*).

Синтезы:

Получение сульфата натрия и его гидратов.
Получение нитрата калия.

II. МАГНИЙ, КАЛЬЦИЙ, СТРОНЦИЙ, БАРИЙ

1. Свойства магния (*один опыт на трех студентов*).
2. Получение и свойства гидроксида магния.
3. Карбонаты магния.
4. Магнийаммонийфосфат.
5. Соли кальция, стронция, бария (*групповой опыт*).

Синтезы:

Получение гексагидрата хлорида магния.
Получение безводного хлорида магния (*способ на выбор преподавателя*).
Получение кристаллогидрата хлорида кальция.

III. АЛЮМИНИЙ

1. Свойства алюминия (*групповой опыт*).
2. Получение и свойства гидроксида алюминия.
3. Соли алюминия.

Синтезы:

Получение алюмокалиевых квасцов.
Получение ацетилацетоната алюминия.

IV. ТИТАН

1. Свойства титана (*групповой опыт*).
2. Титановая кислота.
3. Пероксидные соединения титана.
4. Получение раствора сульфата титана(III).
5. Свойства соединений титана(III).

V. ВАНАДИЙ

1. Получение и свойства оксида ванадия(V).
2. Поливанадаты и ванадиевая кислота.
3. Пероксидные соединения ванадия.
4. Соединения ванадия низших степеней окисления (*один опыт на трех студентов*).

VI. ХРОМ

1. Получение и свойства хлорида хрома(II) (*один опыт на трех студентов*).
2. Получение и свойства гидроксида хрома (III).
3. Свойства солей хрома (III).
4. Свойства солей хромовых кислот.
5. Пероксидные соединения хрома.

VII. МОЛИБДЕН, ВОЛЬФРАМ

(Студенты выполняют опыты либо по молибдену, либо по вольфраму по указанию преподавателя)

1. Молибденовый и вольфрамовый ангидриды (*групповой опыт*).
2. Молибденовые и вольфрамовые кислоты.
3. Тиосоли и сульфиды молибдена и вольфрама.
4. Восстановление соединений молибдена(VI) и вольфрама(VI).
5. Пероксидные соединения молибдена и вольфрама.

Синтезы:

Получение хромокалиевых квасцов.

Получение триоксохлорохромата(VI) калия.

Тригидрат триоксалатохромата(III) калия.

VIII. МАРГАНЕЦ

1. Гидроксид марганца (II).
2. Соли марганца(II).
3. Соединения марганца(IV).
4. Соединения марганца(VI).
5. Свойства перманганата калия (*один опыт на трех студентов*).

Синтез:

Тригидрат трисоксалатоманганата (III) калия

IX. ЖЕЛЕЗО, КОБАЛЬТ, НИКЕЛЬ

1. Свойства железа (*групповой опыт*).

2. Гидроксиды железа(II) (*групповой опыт*), железа(III), кобальта(II), кобальта(III), никеля(II) и никеля(III).
3. Свойства солей железа (II).
4. Свойства солей железа (III).
5. Свойства солей кобальта(II).
6. Оксиды кобальта.
7. Свойства солей никеля(II).
8. Гексанитритокобальтат(III) калия.

Синтезы:

Получение железа алюминиотермическим способом.

Получение соли Мора.

Получение гексагидрата сульфата аммония и никеля.

Иодид гексамминникеля (II).

X. МЕДЬ, СЕРЕБРО

1. Получение и свойства меди (*групповой опыт*).
2. Получение и свойства оксида меди(I) (*один опыт на трех студентов*).
3. Получение и свойства галогенидов меди(I) (*один из галогенидов на выбор преподавателя*).
4. Получение и свойства оксида и гидроксида меди(II).
5. Свойства солей меди(II).

Серебро и его соединения

1. Получение и свойства серебра (*групповой опыт*).
2. Оксиды серебра.
3. Галогениды серебра.
4. Серебрение (*групповой опыт*).

Синтезы:

Получение гексагидрата двойного сульфата аммония и меди.

Получение ацетилацетоната меди(II).

Получение бисоксалатокупрата(II) калия.

Сульфат тетраамминмеди (II).

XI. ЦИНК, КАДМИЙ

1. Оксиды цинка и кадмия (*групповой опыт*).
2. Гидроксиды цинка и кадмия.
3. Сульфиды цинка и кадмия.

Синтезы:

Получение карбоната кадмия.

Получение пленки сульфида кадмия.

**ХИ. СИНТЕЗЫ РЕКОМЕНДОВАННЫЕ В КАЧЕСТВЕ ЭКВИВАЛЕНТА
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ЧАСТИ КУРСОВОЙ РАБОТЫ ПО
НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

1. Гексахлоромолибдат (III) калия.
2. Гексахлоромолибдат (III) аммония.
3. Нонахлородимолибдат (III) аммония.
4. Нитрид магния.
5. Тетрахлорид титана (ванадия).
6. Получение хлорида кобальта (II) хлорированием металла.
7. Получение хлорида хрома (III) хлорированием металла.
8. Хлорид железа (II).
9. Ацетат хрома (II).
10. Гексанитритокобальтат (III) натрия (комплекс Фишера).
11. Триоксалатоферрат (III) калия.
12. Оксопентахлоромолибдат (V) аммония.
13. Хлорид карбонатотетрамминкобальта (III).
14. Хромокалиевые квасцы и выращивание их монокристаллов.
15. Хлорид гексамминкобальта (III).
16. Хлорид гексааквахрома (III).
17. Гексагидрат молибдоманганата (IV) аммония $(\text{NH}_4)_6(\text{MnMo}_9\text{O}_{32}) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ПРАКТИКУМЕ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

**Помните, что практикум – место повышенной опасности!
Нижеприведенные правила обязательны для безусловного
исполнения.**

I. Общие положения

1. Все опыты с токсичными, летучими веществами производить только под тягой. Надевайте очки (маски).
2. Опыты с горючими веществами (эфир, ацетон) и водородом необходимо проводить вдали от огня. Надевайте очки (маски).
3. При нагревании растворов в пробирке следует держать ее так, чтобы отверстие было направлено в сторону от себя и работающих соседей.
4. Не наклонять лицо над нагреваемой жидкостью или спекаемыми веществами.
5. Запрещается нюхать какие либо газы, жидкости, порошки.
6. При работе с такими осушителями, как пентаоксид фосфора, твердая щелочь, обязательно надевайте очки. Брать щелочь, пентаоксид фосфора разрешается только шпателем или щипцами.
7. При разбавлении концентрированной серной кислоты, а также других кислот, необходимо вливать кислоту в воду, а не наоборот.
8. Категорически запрещается работать с веществами без этикеток.
9. Категорически запрещается принимать пищу и напитки в практикуме.
10. Каждый студент во время работы в практикуме находится на своем рабочем месте и соблюдает тишину и порядок.

II. Меры безопасности при работе с едкими веществами

Едкие вещества – соляная, серная, азотная и другие кислоты, сухие щелочи и их концентрированные растворы - при попадании на кожу вызывают ожоги. Особая опасность возникает, когда растворы едких веществ попадают в глаза. При работе с едкими веществами необходимо пользоваться защитными очками. На руки необходимо надевать резиновые перчатки.

Выполнение работ с кислотами и щелочами без предохранительных очков или маски категорически запрещается, работать необходимо в очках или маске и не допускать попадания брызг указанных веществ на кожу лица и рук, одежду, обувь.

Отбор жидких проб проводить только с помощью пипетатора.

Растворять твердые щелочи следует путем медленного прибавления к воде небольших кусочков щелочи при непрерывном перемешивании.
Работать необходимо в очках и резиновых перчатках.

Разлитые растворы кислот, щелочей необходимо немедленно нейтрализовать и лишь после этого проводить уборку. Осколки разбитого стекла собирают при помощи щетки и совка. В случае большого очага разлитой жидкости все стадии дезактивации осуществляет только сотрудник практикума.

III. Работа с газовыми горелками

Все работы с газовыми горелками проводятся вдали от горючих жидкостей и приборов, на выходе из которых выделяются горючие газы.

Убедитесь, что горелка надежно присоединена шлангом к газовому крану на стойке. Откройте газовый кран на стойке. Зажгите спичку, поднесите к горелке и, открывая винтом на горелке подачу газа, подожгите газ. Возможно, что подача газа на горелке открыта, тогда поджигайте газ на горелке после открывания газового крана на стойке. Пламя должно быть

синеvато-фиолетовым. Если пламя коптящее, то его регулирует сотрудник практикума. При проскоке пламени горелки к ее основанию, а также при отрыве пламени немедленно закройте газовый кран на стойке и сообщите сотруднику практикума. Следите за тем, чтобы шланги не были перекручены и пережаты посторонними предметами.

Студентам категорически запрещается оставлять без надзора горящие газовые горелки на своих лабораторных столах.

IV. Работа со стеклом. Сборка приборов и работа с ними.

Резка тонких (диаметром менее 8 мм) трубочек и палочек. Надевайте очки! Напильником сделайте надпил. Обернув трубочку (палочку) полотенцем в обе стороны от надпила легким натягиванием в обе стороны произведите разрыв трубочки (палочки) на две части.

Сборка деталей приборов из стекла. Во избежание порезов рук при введении стеклянной трубки (или конца воронки) в отверстие резиновой пробки надо взяться за трубку одной рукой как можно ближе к концу трубки и плавным вращением вводить трубку в отверстие пробки. Рекомендуется обмотать полотенцем другую руку, которая держит пробку. При соединении стеклянных деталей резиновыми трубками следует обернуть соединяемые стеклянные части полотенцем; надо смачивать стеклянные трубки водой.

Студент начинает работать с прибором только после проверки правильности сборки преподавателем и с его разрешения. **Необходимо помнить, что любой прибор, в котором проводится нагревание веществ с высоким давлением пара или проводится синтез в токе газа, обязан иметь выход в атмосферу .**

V. Правила безопасной работы с приборами, находящимися при пониженном давлении (вакуум), и работы со стеклянными ампулами.

- 1. Студент обязательно надевает маску (очки) при фильтровании на воронке Бюхнера (водоструйный насос), при использовании водоструйного насоса для пропускания воздуха в систему.**
- 2. Запаивание ампул на воздухе проводит только преподаватель, находящийся рядом студент обязательно надевает маску. При запаивании объем занятого веществом пространства ампулы не должен превышать 50% общего объема ампулы. Категорически запрещается запаивание ампулы с любыми жидкостями (например, жидкий VCl_4 уже при комнатной температуре разлагается с выделением хлора, который разрывает запаивающую ампулу). Запрещается запаивание ампул с теми твердыми веществами, которые при нагревании могут воспламениться – например, оксалаты железа, оксалатные комплексы железа.**

VI. Оказание первой помощи

При попадании на кожу рук и лица концентрированных кислот (серной, азотной и т.д.) следует немедленно промыть обожженное место сильной струей воды в течение 3-5 минут, затем обработать его 2-3% раствором гидрокарбоната натрия, после чего на подсушенное пораженное место надо нанести синтомициновую эмульсию.

При ожоге кожи растворами щелочей необходимо тщательно промыть обожженный участок кожи сильной струей воды до тех пор, пока кожа не перестанет быть скользкой на ощупь, после чего на подсушенное пораженное место нанести синтомициновую эмульсию.

При попадании брызг растворов в глаза немедленно промыть глаза большим количеством воды комнатной температуры. Затем в случае, если раствор был щелочным, то необходимо промыть глаз 3% водным

раствором борной кислоты, а если раствор был кислым – 3% водным раствором гидрокарбоната натрия. Если неизвестна среда попавшего в глаз раствора, то следует ограничиться промыванием глаз большим количеством воды комнатной температуры.

При термическом ожоге кожи необходимо наложить повязку с синтомициновой эмульсией.

При попадании на кожу перманганата калия необходимо промыть пораженное место сильной струей воды, а затем протереть ватным тампоном, смоченным 3% раствором пероксида водорода или щавелевой кислоты, после чего на подсушенное пораженное место нанести синтомициновую эмульсию.

При всех случаях ранения стеклом или другими предметами необходимо оказать первую помощь пострадавшему - смачивание ранки ватой со спиртовой настойкой иода и забинтовывание.

При отравлении ядовитыми парами и газами пострадавшего необходимо немедленно выведите на свежий воздух и обеспечить ему покой. Не допускайте вдыхания паров воды.

I. ЩЕЛОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

1. Получение гидроксида натрия из карбоната натрия

Растворите в круглодонной колбе (емкостью 250-300 мл) 14 г безводного карбоната натрия в 100 мл дистиллированной воды. На дно колбы поместите 5-6 кусочков битого фарфора в качестве «кипелок». Закрепите колбу в лапке штатива таким образом, чтобы между сеткой и дном колбы оставалось пространство 2-3 мм (*наденьте очки!*) Нагрейте раствор в колбе до кипения и прибавьте к нему небольшими порциями измельченную гашеную известь $\text{Ca}(\text{OH})_2$, взятую с 20% избытком. Вставьте в горло колбы воронку для предотвращения разбрызгивания раствора и кипятите раствор в течение часа, добавляя время от времени дистиллированную воду для сохранения постоянного объема.

После охлаждения раствора профильтруйте его через бумажный складчатый фильтр. Измерьте объем и плотность полученного фильтрата. По результатам измерения плотности по таблице определите концентрацию полученной щелочи. Напишите уравнение реакции.

Ознакомьтесь с величинами произведений растворимости карбоната и гидроксида кальция. Объясните течение этого процесса в сторону образования гидроксида натрия. Можно ли этим способом получить раствор гидроксида натрия высокой концентрации?

2. Получение и свойства гидрокарбоната натрия

Приготовьте насыщенный при комнатной температуре раствор хлорида натрия в 50 мл 10% раствора аммиака (*в вытяжном шкафу*). Раствор профильтруйте через бумажный складчатый фильтр. Фильтрат перелейте в плоскодонную колбу. В колбу вставьте газоподводящую трубку от баллона с углекислым газом. Трубка должна доходить почти до дна колбы. Аккуратно заткните горло колбы ватой.

Пропускайте через полученный раствор углекислый газ. Об окончании реакции можно судить по прекращению разогрева реакционной смеси и окончанию выделения осадка при пропускании углекислого газа.

Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте минимальным количеством охлажденной в бане со льдом воды и высушите при комнатной температуре на воздухе.

Небольшое количество гидрокарбоната натрия растворите в воде. Определите pH раствора универсальным индикатором и проведите анализ раствора на присутствие хлоридов. Напишите уравнения реакций.

3. Получение и свойства карбоната натрия

а) На дно фарфорового тигля поместите около 0,5 г полученного ранее гидрокарбоната натрия и прокалите его в тигле до постоянной массы. Сравните экспериментально наблюдаемое изменение массы продукта с теоретическим. Напишите уравнение реакции.

б) Полученное после прокаливания вещество растворите в воде и испытайте отношение этого раствора к универсальному индикатору. Что наблюдается?

4. Малорастворимые соли лития и калия (групповой опыт)

а) Налейте в три пробирки по 1 - 2 мл насыщенного раствора сульфата или хлорида лития и прилейте в первую пробирку насыщенный раствор карбоната натрия, во вторую раствор фосфата натрия, в третью раствор дигидрофосфата натрия. Что наблюдается?

б) К 0,5 мл насыщенного раствора хлорида или сульфата лития в пробирке прилейте несколько капель раствора фторида калия. Что происходит?

в) Налейте в две пробирки по 1 - 2 мл насыщенного раствора сульфата или хлорида калия и прилейте в первую пробирку раствор гидротартрата натрия, во вторую раствор перхлората натрия. Что наблюдается? Если осадок сразу не выпадает, можно ускорить его появление трением стеклянной палочки о внутренние стенки пробирки. Напишите уравнения реакций.

Синтезы по теме «Щелочные элементы»

Сульфат натрия и его гидраты. Рассчитайте количество глауберовой соли ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \times 10\text{H}_2\text{O}$), требуемое для приготовления насыщенного раствора сульфата натрия в 10 мл воды при 32°C и растворите навеску соли в дистиллированной воде при слабом нагревании (не более 40°C). Профильтруйте полученный горячий раствор через воронку для горячего фильтрования в три сухие пробирки.

а) Получение безводного сульфата натрия. Нагрейте раствор в одной пробирке до кипения. Что наблюдается? Отделите кристаллы от маточного раствора, рассмотрите их форму под микроскопом.

б) Декагидрат сульфата натрия. В раствор сульфата натрия, находящийся в другой пробирке и охлажденный до комнатной температуры, опустите кристалл глауберовой соли. Рассмотрите под микроскопом форму кристаллов, выпадающих из раствора при комнатной температуре.

в) Гептагидрат сульфата натрия. Раствор сульфата натрия, содержащийся в третьей пробирке, нагрейте на водяной бане (40-50°C) до полного растворения выпавших кристаллов. Когда жидкость станет прозрачной, закройте пробирку ватой и осторожно, не встряхивая ее содержимое, поставьте в охлаждающую смесь (лед с небольшим количеством хлорида натрия). После выпадения кристаллов осторожно выньте пробирку с раствором сульфата натрия. Отделите кристаллы от маточного раствора. Рассмотрите в микроскоп форму кристаллов, выделяющихся в данном случае .

Опустите в маточный раствор небольшой кристалл глауберовой соли. Что происходит?

Объясните происходящие явления.

Нитрат калия. Поместите в стакан 15 мл дистиллированной воды и растворите в ней при нагревании 7 г нитрата натрия. Прибавьте к полученному раствору рассчитанное количество хлорида калия, необходимое для получения нитрата калия. Закройте стакан часовым стеклом и нагревайте его на медной сетке слабым пламенем горелки до выпадения кристаллов. Быстро слейте горячую жидкость в фарфоровую чашку (*осторожно – горячий стакан!*) и оставьте кристаллизоваться.

Выделившиеся в фарфоровой чашке кристаллы отфильтруйте, высушите на воздухе и определите выход в процентах. Рассмотрите под микроскопом форму кристаллов, оставшихся в стакане и в фарфоровой чашке. Какой состав имеют выпавшие кристаллы?

С использованием справочных данных постройте графики температурной зависимости растворимости нитратов калия, натрия и хлоридов калия и натрия в *моль/100 г* воды. Сделайте соответствующие выводы.

II. МАГНИЙ, КАЛЬЦИЙ, СТРОНЦИЙ, БАРИЙ

1. Свойства магния (один опыт на трех студентов)

а) Зажмите тигельными щипцами небольшую ленту магния и сожгите ее на воздухе над фарфоровой чашкой (*наденьте защитные очки!*). К полученному веществу прилейте немного воды и определите рН раствора. Напишите уравнения реакций.

С какими составными частями воздуха вступает во взаимодействие магний?

б) Налейте в две пробирки по 2-3 мл дистиллированной воды и положите в каждую из них по кусочку магния. В одну из пробирок добавьте 0,5-1 г хлорида аммония. Что при этом происходит? Нагрейте обе пробирки до кипения. Что наблюдается? Сравните скорость взаимодействия магния с водой в обеих пробирках. Напишите уравнения химических реакции.

Почему в присутствии ионов аммония магний активнее взаимодействует с водой?

2. Получение и свойства гидроксида магния

Осадите в пробирке гидроксид магния действием раствора щелочи на раствор соли магния. Поместите осадок в три пробирки и прилейте в первую пробирку 10% раствор соляной кислоты, во вторую 10% раствор гидроксида натрия, в третью раствор хлорида аммония. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Карбонаты магния

а) К нагретому до 50°C раствору (2-3 мл) сульфата или хлорида магния в пробирке прилейте раствор карбоната натрия до полноты осаждения. Отфильтруйте выпавший осадок на бумажном фильтре, промойте водой и вместе с фильтром высушите на воздухе. Каков состав осадка? Небольшое количество сухого вещества внесите в пробирку с 1-2 мл 10% соляной кислоты. Что наблюдается?

Нагрейте фильтрат до кипения и кипятите до выпадения осадка. Какой состав имеет осадок? Слейте раствор с осадка, осадок промойте дистиллированной водой и добавьте к нему 1-2 мл 10% раствора соляной кислоты. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

б) Прилейте к 1-2 мл раствора сульфата или хлорида магния в пробирке раствор карбоната аммония, вначале немного, затем избыток. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

4. Магнийаммонийфосфат

Налейте в пробирку 1-2 мл раствора хлорида магния и добавьте 10% раствор аммиака до выпадения осадка. Затем прибавьте по каплям раствор хлорида аммония до растворения осадка. Внесите в пробирку несколько капель раствора ортофосфата натрия. Что наблюдается? Рассмотрите форму выпавших кристаллов под микроскопом.

Добавьте в пробирку с осадком соляную кислоту. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Объясните протекающие процессы образования и растворения осадков.

5. Соли кальция, стронция, бария (*групповой опыт*)

Налейте в 7 пробирок по 1-2 мл раствора хлорида кальция. В первую пробирку добавьте равный объем раствора фторида калия, во вторую – сульфата калия, в третью – карбоната калия, в четвертую – оксалата калия, в пятую – фосфата калия, в шестую – гидрофосфата калия, в седьмую – дигидрофосфата калия. Испытайте полученные осадки к действию 10% соляной кислоты. Повторите аналогичные опыты с растворами хлорида стронция и бария. Напишите уравнения реакций.

Составьте таблицу, суммирующую выпадение и растворение осадков соответствующих солей.

Синтезы по теме «Магний, кальций, стронций, барий»

Гексагидрат хлорида магния. В химический стакан налейте 50 мл 20% раствора соляной кислоты и добавьте небольшими порциями рассчитанное количество оксида магния. Если после растворения оксида раствор не станет прозрачным, его необходимо профильтровать через бумажный фильтр. Упарьте раствор до половины первоначального объема, поместите в охлаждающую смесь (лед с хлоридом натрия) и пропустите ток хлороводорода (*в вытяжном шкафу*). Выделившиеся кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, высушите в фарфоровой чашке при комнатной температуре и взвесьте. Определите выход в процентах.

Поместите во взвешенный тигель небольшое количество гексагидрата хлорида магния, взвесьте вещество с тиглем и прокалите. Что наблюдается? Доведите разложение соли до конца. Охладите тигель и вновь взвесьте, рассчитайте потерю массы. Что образовалось в результате прокаливания? Напишите уравнения реакций.

Безводный хлорид магния.

а) Обезвоживание гексагидрата хлорида магния нагреванием с хлоридом аммония. Навеску гексагидрата хлорида магния тщательно

перемешайте с твердым хлоридом аммония в массовом отношении 1:2, поместите во взвешенный фарфоровый тигель, закройте крышкой и прокалите в пламени газовой горелки (*в вытяжном шкафу*). Охладите тигель в эксикаторе и взвесьте.

Рассчитайте потерю массы и сравните с теоретической. В пробирку налейте 3-5 мл воды и внесите небольшое количество полученного безводного хлорида магния. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

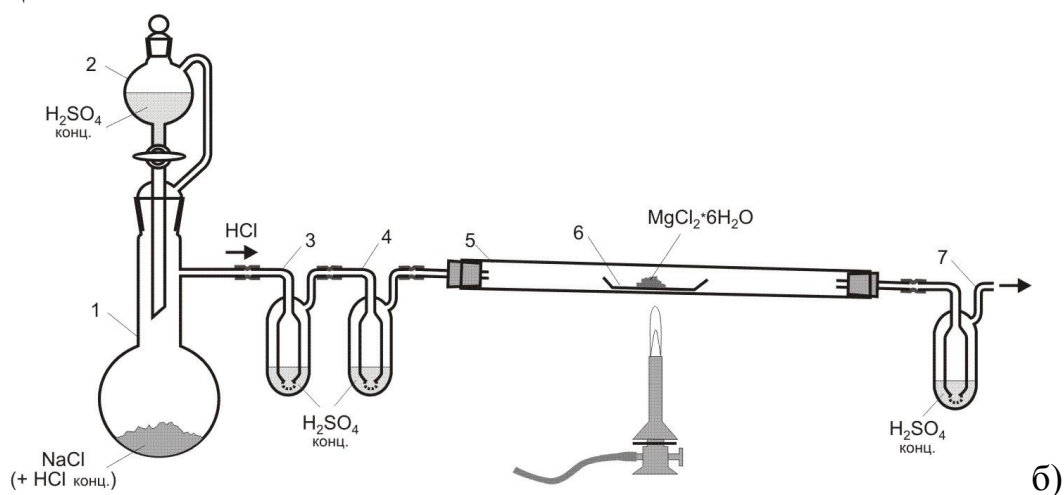


Рис.1. Прибор для обезвоживания гексагидрата хлорида магния.

1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 4, 7 - промывалки с серной кислотой, 5 – кварцевая (стеклянная) трубка, 6 - фарфоровая лодочка.

Обезвоживание гексагидрата хлорида магния в токе хлороводорода.

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 1. Реакционную трубку 5 установите с небольшим наклоном вправо. Взвесьте 1-2 г гексагидрата хлорида магния в фарфоровой лодочке 6 известной массы и установите ее в средней части реакционной трубки 5. В колбу Вюрца 1 поместите сухой хлорид натрия и смочите небольшим количеством (3-5 мл) концентрированной соляной кислоты. В капельную воронку 2 поместите концентрированную серную кислоту – 20-30 мл, но не более $\frac{2}{3}$ объема (*наденьте очки*). Заполните реактор 5 газообразным хлороводородом и осторожно нагревайте вещество в лодочке газовой горелкой при непрерывном пропускании хлористого водорода.

После завершения выделения воды прекратите нагрев и охладите вещество в токе хлороводорода, быстро извлеките лодочку с веществом из реактора и взвесьте. Перенесите вещество в бюкс. По результатам взвешивания определите состав кристаллогидрата.

В пробирку налейте 3-5 мл воды и внесите небольшое количество полученного безводного хлорида магния. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Кристаллогидрат хлорида кальция. Налейте в химический стакан 40 мл 10% раствора соляной кислоты и добавьте небольшими порциями рассчитанное количество мрамора или мела до установления слабокислой среды. Профильтруйте полученный раствор через бумажный фильтр и упарьте его в фарфоровой чашке при нагревании слабым пламенем горелки через сетку до появления кристаллов

Оставьте раствор охлаждаться. Отделите выпавшие кристаллы от маточного раствора на воронке Бюхнера, высушите на воздухе и взвесьте. Рассмотрите в микроскоп и зарисуйте форму кристаллов. Определите выход в процентах.

Взвесьте в железном тигле известной массы 1-2 г полученного кристаллогидрата и прокалите в течение получаса в пламени газовой горелки. Охладите тигель до комнатной температуры и взвесьте. Рассчитайте потерю массы и сравните с теоретической.

Перенесите вещество после прокаливания в бюкс и оставьте его открытым на воздухе. Что наблюдается?

Чем объясняется увеличение массы прокаленного вещества? Какое применение имеет безводный хлорид кальция в лабораторной технике?

III. АЛЮМИНИЙ

1. Свойства алюминия (групповой опыт)

а) Налейте в пробирку 10% раствор соляной кислоты и поместите в нее небольшой кусок металлического алюминия. Что происходит? Осторожно подогрейте пробирку. Что наблюдается? Проведите аналогичный опыт с 10% раствором гидроксида натрия. Напишите уравнения реакций.

2. Получение и свойства гидроксида алюминия

Из раствора соли алюминия действием раствора аммиака осадите в пробирке гидроксид алюминия. Промойте осадок дистиллированной водой и разделите его на три пробирки. В первую пробирку прилейте 10%-ный раствор серной кислоты, во вторую избыток 10% раствора гидроксида натрия, в третью раствор аммиака. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Соли алюминия

а) Определите рН раствора сульфата алюминия. Напишите уравнение гидролиза.

б) Налейте в две пробирки по 1-2 мл раствора сульфата алюминия. В первую пробирку прилейте 1-2 мл раствора карбоната натрия, во вторую 1-2 мл раствора сульфида натрия (в вытяжном шкафу). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

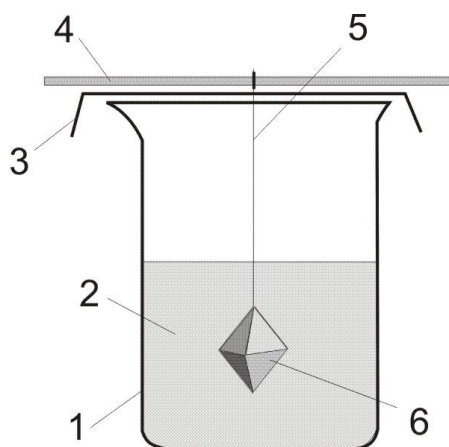


Рис.2. Выращивание монокристалла алюмокалиевых квасцов.

1 – стакан, 2 – маточный раствор, 3 – крышка из фильтровальной бумаги, 4 – стеклянная палочка, 5 – нить

Синтезы по теме «Алюминий»

Алюмокалиевые квасцы. Приготовьте горячие насыщенные растворы сульфатов алюминия и калия. Для этого 7 г кристаллогидрата сульфата алюминия растворите при нагревании в 20 мл дистиллированной воды в химическом стакане. Взвесьте рассчитанное количество сульфата калия и растворите его при нагревании в 10 мл дистиллированной воды. Смешайте горячие растворы в один стакан, причем раствор сульфат калия приливайте к раствору сульфата алюминия.

Полученный раствор охладите до комнатной температуры, выделившиеся кристаллы отфильтруйте, просушите на фильтровальной бумаге и взвесьте. Рассчитайте практический выход и определите выход вещества в процентах от теории. Маточный раствор сохраните. Рассмотрите под микроскопом и отметьте форму кристаллов.

Выберите наиболее совершенный кристалл квасцов. Привяжите его при помощи волоса к стеклянной палочке и опустите в маточный раствор (рис.2). Закройте стакан фильтровальной бумагой. В течение нескольких занятий наблюдайте, как растет кристалл. При необходимости доливайте маточный раствор. После завершения опыта кристалл извлеките из раствора, аккуратно осушите фильтровальной бумагой и взвесьте. Зарисуйте форму кристалла. Сохранить кристалл можно только в герметичной емкости, так как он выветривается на воздухе.

Ацетилацетонат алюминия. Соберите прибор для кипячения с обратным холодильником. Растворите в 30 мл воды 5,0 г алюмокалиевых квасцов и 4 г мочевины, полученный раствор поместите в колбу емкостью 50 мл. В ту же колбу прилейте 3 мл ацетилацетона. К колбе присоедините обратный холодильник и кипятите раствор в течение 30-40 мин. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте на фильтре дистиллированной водой и высушите на воздухе. Определите массу продукта и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

Небольшое количество сухого ацетилацетоната алюминия поместите в пробирку и осторожно нагрейте пламенем газовой горелки. Что наблюдается?

IV. ТИТАН

1. Свойства титана (групповой опыт)

а) Действие кислот. Налейте в две пробирки по 2-3 мл разбавленных растворов серной и соляной кислот и в каждую добавьте немного порошка титана. Что наблюдается? Нагрейте пробирки с растворами кислот. Что изменилось?

б) Депассивация титана в присутствии фторид-ионов. На порошок титана в пробирке подействуйте разбавленной уксусной кислотой. Что наблюдается? Добавьте в пробирку немного фторида аммония. Что изменилось? Напишите уравнения реакций. Объясните наблюдаемые явления.

2. Титановая кислота

К 10 мл раствора $\text{H}_2[\text{TiCl}_6]$, охлаждаемого в бане со льдом, прилейте при постоянном перемешивании 10% раствор аммиака до полноты осаждения титановой кислоты. Дайте осадку отстояться, слейте с него раствор и промойте несколько раз водой.

Часть осадка поместите в две пробирки. В первую прилейте несколько миллилитров 10%-ного раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора гидроксида натрия. Оставшуюся титановую кислоту взболтайте в пробирке с водой и прокипятите. Слейте воду, разделите осадок на две пробирки и повторите опыт с добавлением растворов кислоты и щелочи. Как и почему изменилась реакционная способность титановой кислоты? Напишите уравнения реакций.

Какие гидраты называются α - и β -титановыми кислотами, как они получают и какими обладают свойствами?

3. Пероксидные соединения титана

К 1-2 мл раствора $\text{H}_2[\text{TiCl}_6]$ прибавьте несколько капель 3% раствора пероксида водорода. Что наблюдается? Добавьте избыток 10% раствора щелочи (на холоду). Что произошло? Напишите уравнение реакции.

Каков состав пероксидных соединений титана в кислой и щелочной средах?

4. Получение раствора сульфата титана (III)

Налейте в пробирку 3 мл раствора $\text{H}_2[\text{TiCl}_6]$, прилейте 1-2 мл 10% раствора соляной кислоты и положите 1-2 кусочка цинка. Как меняется окраска раствора? Напишите уравнение реакции.

Используя теорию кристаллического поля, объясните, почему соединения титана (III) окрашены, а соединения титана (IV) бесцветны.

5. Свойства соединений титана (III)

а) В две пробирки налейте по 1 мл раствора хлорида титана (III), полученного в предыдущем опыте. Одну пробирку оставьте на воздухе. Что наблюдается? В другую пробирку добавьте несколько капель раствора перманганата калия. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

б) Оставшийся раствор хлорида титана (III) слейте с цинка в третью пробирку и быстро прилейте к нему 10% раствор гидроксида натрия до выпадения осадка гидроксида титана (III).

в) Полученный осадок быстро поместите в две пробирки. В первую прилейте несколько миллилитров 10% раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора гидроксида натрия. Напишите уравнения реакций.

Какими свойствами обладают соединения титана (III)?

Почему соли титана (III) гидролизуются в меньшей степени, чем соли титана (IV)?

V. ВАНАДИЙ

1. Получение и свойства оксида ванадия (V)

а) Поместите в фарфоровый тигель 0,5 г ванадата аммония. Тигель с содержимым прокалите в открытом тигле в пламени горелки до постоянной массы. Что наблюдается? Повторите опыт в закрытом тигле. Что изменилось? Напишите уравнения реакций.

Почему для получения оксида ванадия (V) прокаливание ведется в атмосфере кислорода?

б) Поместите в пять пробирок небольшие количества оксида ванадия (V). В первую пробирку прилейте дистиллированную воду, во вторую 10% раствор соляной кислоты, в третью – 10% раствор серной кислоты, в четвертую – концентрированную соляную кислоту (*наденьте очки*), в пятую – 30% раствор щелочи. Что происходит в каждом опыте? Если взаимодействие протекает медленно, осторожно подогрейте пробирку. Напишите уравнения реакций.

2. Поливанадаты и ванадиевая кислота

К 3-4 мл раствора ванадата натрия в пробирке прибавляйте по каплям при перемешивании 10%-ный раствор серной кислоты. Что наблюдается при постепенном понижении pH раствора? Как изменяется окраска раствора? Напишите уравнения соответствующих реакций.

Чем обусловлено изменение окраски раствора? Каким последовательным химическим превращениям соответствует изменение цвета раствора и при каких значениях pH? Ознакомьтесь с диаграммой зависимости состава поливанадатов от pH среды и концентрации раствора.

3. Пероксидные соединения ванадия

К 2-3 мл раствора ванадата натрия в пробирке прилейте 1-2 мл 1 М раствора серной кислоты и 1-2 мл 3% раствора пероксида водорода. Что при этом наблюдается? Добавьте избыток 10% раствора щелочи (*на холоду*). Что происходит? Напишите уравнение реакции.

4. Соединения ванадия низших степеней окисления (один опыт на трех студентов)

а) В коническую колбу емкостью 100 мл налейте 15 мл раствора ванадата натрия, добавьте 15 мл 20% раствора серной кислоты и внесите 10-15 гранул цинка. Горло колбы осторожно заткните ватой. Что наблюдается? Отметьте последовательность изменения окраски раствора.

б) По мере появления новой окраски отливайте каждый раз по 1-2 мл раствора каждого цвета в две разные пробирки. Пробирки с растворами закройте пробками. Растворы не сохраняются, поэтому их нужно сразу использовать для проведения опытов.

в) К одной серии растворов, содержащих соединения ванадия различных степеней окисления, быстро прилейте 1-2 мл 10% раствора гидроксида натрия. Что при этом наблюдается?

г) К другой серии растворов прилейте по каплям раствор перманганата калия. Что наблюдается?

д) Оставшийся в колбе раствор перелейте в стакан и оставьте открытым на воздухе. В какой последовательности изменяется окраска раствора. Напишите уравнения реакций.

Какие соединения ванадия получаются при действии цинка в кислой среде на раствор ванадата натрия? Как изменяются окислительно-восстановительные (в кислой и щелочной средах) и кислотно-основные свойства соединений ванадия при изменении степени окисления ванадия.

VI. ХРОМ

1. Получение и свойства хлорида хрома (II) (один опыт на трех студентов)

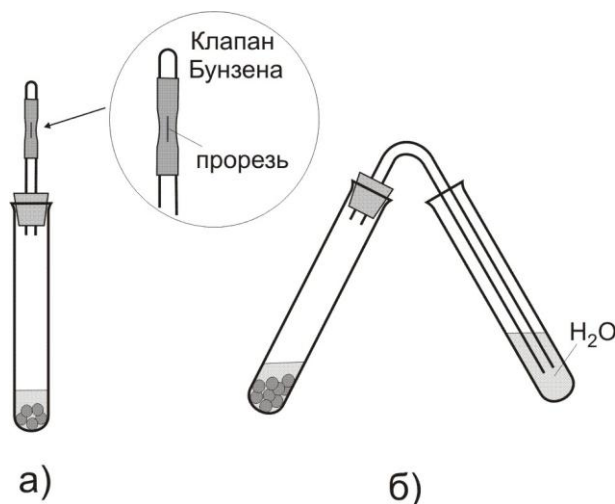


Рис. 3. Получение хлорида хрома (II).

а) пробирка с клапаном Бунзена, б) пробирка с опущенной в воду газоотводной трубкой.

Заполните пробирку на $\sim 1/5$ гранулированным цинком, налейте 2-3 мл раствора хлорида хрома (III) и добавьте 2-3 мл 20% раствора соляной кислоты. Пробирку тотчас закройте пробкой с газоотводной трубкой с клапаном Бунзена или с трубкой, опущенной в воду (рис. 3). Как изменяется цвет раствора во время опыта? Напишите уравнение реакции. *Осторожно! Водород! Работать вдали от огня.*

Полученный раствор хлорида хрома (II) сразу используйте в последующих опытах. Пробирку с раствором не оставляйте открытой!

Почему при растворения хрома в соляной кислоте на открытом воздухе образуется хлорид хрома (III)? Почему все опыты с хлоридом хрома (II) следует проводить быстро?

а) Поместите в пробирку немного кристаллического ацетата натрия и прилейте к нему раствор хлорида хрома (II). Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

б) В пробирку с 2-3 мл 10% раствора гидроксида натрия прилейте несколько капель раствора хлорида хрома (II). Что наблюдается? Какими свойствами обладает гидроксид хрома (II)?

в) Оставьте раствор хлорида хрома (II) на воздухе. Как изменяется цвет раствора? Какие свойства при этом проявляет хлорид хрома (II)? Напишите уравнение реакции.

2. Получение и свойства гидроксида хрома (III)

Налейте в пробирку 2-3 мл раствора хлорида хрома (III) и добавьте по каплям равный объем раствора карбоната натрия. Что происходит? Полученный осадок гидроксида хрома (III) поместите в две пробирки. В первую прилейте избыток 10% раствора соляной кислоты, во вторую –

10% раствора гидроксида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Какие реагенты следует использовать для осаждения гидроксида хрома? К какому типу гидроксидов относится гидроксид хрома (III)?

3. Свойства солей хрома (III)

а) Несколько кристаллов хлорида хрома (III) растворите в холодной воде и отметьте цвет раствора. Нагрейте раствор до кипения. Что наблюдается? Как изменяется окраска раствора? Напишите уравнения реакций.

б) Определите величину рН раствора хлорида хрома (III). Напишите уравнение гидролиза.

в) К раствору сульфата хрома (III) в пробирке прилейте раствор сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Что наблюдается? Каков состав выпавшего осадка? Напишите уравнение реакции.

Как можно получить сульфид хрома (III)?

д) К 2-3 мл раствора сульфата хрома (III) в пробирке прилейте избыток 10% раствора щелочи и бромной воды. Смесь аккуратно подогрейте. Что происходит? Как изменяется окраска раствора? Напишите уравнение реакции.

4. Свойства солей хромовых кислот

а) Небольшое количество дихромата калия поместите в пробирку и растворите в дистиллированной воде. Отметьте цвет полученного раствора и по каплям добавляйте к нему 1 М раствор гидроксида калия (натрия). Что наблюдается? Затем к этому же раствору по каплям добавьте 1 М раствор серной кислоты. Что происходит? Напишите уравнение реакции.

Чем объяснить изменение окраски раствора? Как изменяется состав солей хромовых кислот в зависимости от рН среды?

б) К 2-3 мл раствора дихромата калия в пробирке прилейте раствор сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*) и подогрейте смесь. Как изменяется окраска раствора? Каков состав выпавшего осадка? Напишите уравнение реакции.

Какие свойства хрома (VI) проявляются в этой реакции? Как реагирует подкисленный раствор хромата или дихромата калия с сероводородом, сернистым газом, солью железа (II)? Напишите уравнения реакций.

в) Налейте в две пробирки по 1-2 мл растворов хромата и дихромата калия. В каждую пробирку прилейте по 1-2 мл раствора нитрата бария. Каков состав выпавших осадков? Повторите эксперимент, заменив раствор соли бария на раствор соли свинца. Напишите уравнения реакций.

5. Пероксидные соединения хрома

К 2-3 мл 3% раствора пероксида водорода в пробирке добавьте немного разбавленного раствора серной кислоты, 1-2 мл этилового эфира (*вдали от огня*) и несколько капель раствора дихромата калия. Осторожно перемешайте смесь. Что наблюдается? Каков состав соединений в водном и эфирном слоях? Напишите уравнения реакций.

VI. МОЛИБДЕН, ВОЛЬФРАМ

(Студенты выполняют опыты либо по молибдену, либо по вольфраму по указанию преподавателя)

1. Молибденовый и вольфрамовый ангидриды (групповой опыт)

Несколько кристаллов молибдата (вольфрамата) аммония поместите в фарфоровый тигель и сначала осторожно нагрейте, а затем сильно прокалите на газовой горелке. Что наблюдается? Рассмотрите полученные вещества под микроскопом и сравните с формой исходных кристаллов. Напишите уравнения реакций.

2 Молибденовые и вольфрамовые кислоты

а) К 2-3 мл 20% раствора молибдата (вольфрамата) натрия в пробирке прилейте 2-3 мл 10% раствора азотной кислоты. Что происходит? Каков цвет осадка? Полученный осадок промойте дистиллированной водой и разделите на две пробирки. Прилейте в одну пробирку избыток концентрированной соляной кислоты, в другую избыток 20% раствора гидроксида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Тиосоли и сульфиды молибдена и вольфрама

Налейте пробирку 1-2 мл раствора молибдата (вольфрамата) натрия, прилейте в 1-2 мл концентрированного раствора аммиака (в вытяжном шкафу) и несколько капель раствора сульфида натрия. Что происходит? Затем добавьте в пробирку 10% раствор соляной кислоты и слегка подогрейте. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

4. Восстановление соединений молибдена (VI) и вольфрама (VI)

Налейте в четыре пробирки по 3 мл раствора молибдата (вольфрамата) аммония, в каждую добавьте по 3 мл 10% раствора соляной кислоты, нагрейте до кипения и прилейте в первую раствор Na_2SO_3 , во вторую раствор SnCl_2 , в третью раствор сульфида натрия, а в четвертую поместите 1-2 кусочка цинка. Что наблюдается?

5. Пероксидные соединения молибдена и вольфрама

Налейте в пробирку 3 мл раствора молибдата (вольфрамата) натрия и подкислите 2-3 каплями 1 М раствора серной кислоты. Затем в пробирку прилейте несколько капель 3% раствора пероксида водорода. Что происходит? Отметьте цвет раствора. Напишите уравнения реакций.

Синтезы по теме «Хром, молибден, вольфрам»

Получение хромокалиевых квасцов. В химический стакан налейте 25 мл воды и растворите в ней 2,5 г дихромата калия, затем добавьте концентрированной серной кислоты (в полуторном избытке от теоретического). Стакан с раствором охладите до комнатной температуры, а затем поставьте в воду со льдом. Закрепите над стаканом капельную воронку с рассчитанным количеством этилового спирта (требуемое количество спирта определите из уравнения реакции и возьмите с двукратным избытком) и прибавьте при непрерывном перемешивании по каплям к раствору. Следите за тем, чтобы температура не поднималась до 40°C. Стакан с раствором прикройте фильтровальной бумагой и оставьте до следующего занятия. Напишите уравнение реакции.

Выпавшие кристаллы отфильтруйте, высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите форму кристаллов хромокалиевых квасцов под микроскопом и сравните с кристаллами алюмокалиевых квасцов.

Триоксохлорохромат (VI) калия. Внесите 2,0 г мелко растертого дихромата калия в 4 мл горячего 24% раствора соляной кислоты в химическом стакане (*наденьте очки*). Смесь слегка подогрейте. Что наблюдается? Что может произойти при длительном нагревании смеси? Напишите уравнения реакций. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре. Высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах.

Полученные кристаллы рассмотрите под микроскопом. Обратите внимание на форму кристаллов и сравните их с кристаллами дихромата калия. Небольшую часть кристаллов растворите в воде. Что происходит?

Тригидрат трисоксалатохромата (III) калия. Растворите в химическом стакане 3,0 г оксалата калия и 7,0 г щавелевой кислоты в 100 мл дистиллированной воды. К раствору добавьте при интенсивном перемешивании 2,5 г перетертого в ступке дихромата калия. По окончании реакции осторожно упарьте раствор на 2/3 первоначального объема и оставьте кристаллизаться. Для инициирования кристаллизации потрите стеклянной палочкой фарфоровую чашку под слоем раствора. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите кристаллы в отраженном и проходящем свете. Напишите уравнение реакции.

VIII. МАРГАНЕЦ

1. Гидроксид марганца (II)

К 2-3 мл раствора сульфата марганца (II) в пробирке прилейте равный объем 10% раствора гидроксида натрия. Одну часть осадка оставьте на воздухе, другую быстро поместите в две пробирки. В первую прилейте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – 10% раствор гидроксида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

2. Соли марганца (II)

а) К 1-2 мл раствора сульфата марганца (II) в пробирке добавьте 1-2 мл раствора оксалата аммония. Отметьте окраску образующегося осадка.

в) К 1-2 мл разбавленного раствора сульфата марганца (II) в пробирке добавьте 1-2 мл 1 М раствора серной кислоты, 1 каплю раствора нитрата серебра и несколько кристаллов $K_2S_2O_8$, затем нагрейте. Что наблюдается?

Напишите уравнения реакций.

Какова роль нитрата серебра в реакции окисления марганца (II)?

3. Соединения марганца (IV)

Получение и свойства оксида марганца (IV). К 1-2 мл раствора сульфата марганца (II) в пробирке добавьте равный объем раствора перманганата калия. Что происходит? Отметьте изменение окраски раствора. Полученный осадок разделите на три пробирки. В первую прилейте концентрированную соляную кислоту (*в вытяжном шкафу*), во вторую – 3% раствор пероксида водорода, в третью – раствор щавелевой кислоты. Что наблюдается в каждом случае? Напишите уравнения реакций.

4. Соединения марганца (VI)

а) Получение манганата калия.

Поместите в пробирку 0,5 г тонкоизмельченного перманганата калия и добавьте 5 мл концентрированного раствора гидроксида калия (*очки! перчатки!*). Пробирку поставьте в стакан с кипящей водой и нагревайте до перехода окраски раствора из фиолетовой в темно-зеленую. Напишите уравнение реакции. Полученный раствор разлейте в 4 пробирки (по 2-3 капли раствора в каждую).

б) Свойства манганата (VI).

1) В первой пробирке раствор сильно разбавьте дистиллированной водой. Что происходит? Изменяется ли окраска раствора?

2) Во второй пробирке раствор разбавьте 5 мл воды и добавьте 2-3 мл 1 М раствора серной кислоты. Что наблюдается? Как изменяется окраска раствора?

3) К раствору в третьей пробирке добавьте несколько кристалликов щавелевой кислоты. Раствор подогрейте. Что наблюдается? Как изменяется окраска раствора

4) К раствору в четвертой пробирке добавьте равный объем концентрированного раствора хлорида бария. Что происходит?

Напишите уравнения реакций.

5. Свойства перманганата калия (один опыт на трех студентов)

а) Несколько кристалликов перманганата калия положите в сухую пробирку и осторожно нагрейте. Что происходит? Какой газ выделяется? После охлаждения пробирки добавьте в нее воду. Отметьте окраску образующегося раствора. Напишите уравнения реакций.

б) К 1 мл концентрированного раствора перманганата калия в пробирке добавьте 5 мл 30% раствора гидроксида калия (*наденьте очки*). В полученный раствор маленькими порциями при перемешивании добавляйте сухую глюкозу. Отметьте изменения окраски раствора. Напишите уравнения реакций.

в) Поместите раствор перманганата калия в пять пробирок (по 1-2 мл в каждую) и добавьте в каждую по 1-2 мл 1 М раствора серной кислоты. В первую пробирку прибавьте раствор сульфида натрия, во вторую - раствор иодида калия, в третью - раствор сульфата железа (II), в четвертую - раствор сульфита натрия, в пятую - раствор сульфида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Синтез по теме «Марганец»

Тригидрат трисоксалатоманганата (III) калия. Растворите в химическом стакане 5,0 г щавелевой кислоты в 50 мл дистиллированной воды, раствор нагрейте до 70-75°C. Добавьте небольшими порциями при перемешивании 1,0 г растертого перманганата калия, перемешивая реакционную смесь до обесцвечивания. Затем внесите небольшими порциями 1,1 г карбоната калия и охладите в бане со льдом при энергичном перемешивании. Все дальнейшие операции проводите в затемненном стакане.

К охлажденному до 0–2°C раствору постепенно маленькими порциями в течение 10 мин при постоянном перемешивании прибавьте 0,3 г растертого перманганата калия. Следите за изменением окраски. К вишнево-красному раствору добавьте 25 мл охлажденного льдом спирта и

оставьте на 2 часа для кристаллизации в охлаждающей смеси льда с хлоридом натрия.

Выделившееся соединение быстро отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте охлажденным спиртом, а затем эфиром. Полученные темно-красно-фиолетовые кристаллы высушите в затемненном стакане, помещенном в эксикатор с оксидом фосфора (V), перенесите в пробирку с пробкой и взвесьте. Пробирку оберните алюминиевой фольгой или черной бумагой. Чистые препараты без доступа света устойчивы при 20°C и ниже в течение продолжительного времени. Рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

IX. ЖЕЛЕЗО, КОБАЛЬТ, НИКЕЛЬ

1. Свойства железа (*групповой опыт*)

а) Поместите железную проволоку или опилки в 6 пробирок и прилейте в первую 10% раствор соляной кислоты, во вторую 10% раствор серной кислоты, в третью – 10% раствор азотной кислоты, в четвертую – концентрированную соляную кислоту, в пятую – концентрированную серную кислоту, в шестую – концентрированную азотную кислоту. При необходимости пробирки осторожно подогрейте (*наденьте очки*). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

б) На железной пластинке проведите напильником черту, смочите пластинку 10% раствором хлорида натрия и оставьте на воздухе. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Что такое пассивация? Что такое ржавление железа? От каких факторов зависит этот процесс?

2. Гидроксиды железа, кобальта и никеля

Гидроксид железа (II). (*групповой опыт*) Приготовьте воду, не содержащую растворенного кислорода. Для этого прокипятите в конической колбе дистиллированную воду в течение 5–10 мин, пропуская в нее азот, а затем охладите воду в токе азота до комнатной температуры. Закройте колбу пробкой.

Пользуясь этой водой, растворите в одной пробирке 1-2 г соли Мора, добавьте несколько капель 10% раствора серной кислоты и положите несколько кусочков железа. В другой пробирке приготовьте из этой же воды 10% раствор гидроксида натрия. Прилейте по каплям раствор соли Мора к раствору щелочи. Что происходит? Каков цвет осадка? Оставьте осадок на воздухе. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Гидроксид железа (III). К раствору соли железа (III) в пробирке прилейте 10% раствор щелочи. Полученный осадок поместите в две пробирки. В первую прилейте избыток 10% раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора гидроксида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Какой из гидроксидов - железа (II) или железа (III) - обладает более основными свойствами и чем это можно объяснить?

Гидроксид кобальта (II). К 1-2 мл раствора гидроксида натрия в пробирке прилейте по каплям раствор соли кобальта (II). Отметьте цвет образующегося осадка. Полученный осадок поместите в три пробирки. В

первую прилейте избыток 10% раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора гидроксида натрия, третью оставьте на воздухе. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Гидроксид кобальта (III). В две пробирки налейте по 1-2 мл раствора сульфата или нитрата кобальта (II); в одну пробирку добавьте бромной воды (*очки! перчатки!*), в другую – 30% раствор пероксида водорода, затем в обе прилейте по каплям раствор гидроксида натрия. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Гидроксид никеля (II). К 1-2 мл раствора гидроксида натрия в пробирке прилейте по каплям раствор соли никеля (II). Отметьте цвет образующегося осадка. Полученный осадок поместите в четыре пробирки. В первую прилейте избыток 10% раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора гидроксида натрия, третью оставьте на воздухе, четвертую используйте для следующего опыта. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Гидроксид никеля (III). К осадку гидроксида никеля (II) в пробирке прилейте бромной воды (*очки! перчатки!*). Что происходит? Напишите уравнение реакции.

Почему способ получения гидроксидов кобальта (III) и никеля (III) отличается от способа получения гидроксида железа (III)?

3. Свойства солей железа (II)

а) К 1 – 2 мл раствора соли Мора в пробирке прилейте раствор карбоната натрия. Что наблюдается? Оставьте осадок на воздухе. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

б). К 1 – 2 мл раствора соли Мора в пробирке прилейте раствор гексацианоферрата (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ (красной кровяной соли). Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

в) К 1 – 2 мл раствора соли Мора в пробирке добавьте 1-2 мл раствора сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

г) Налейте в 3 пробирки по 1-2 мл раствора соли Мора и добавьте в каждую пробирку по 1-2 мл 1 М раствора серной кислоты. В первую пробирку прилейте раствор дихромата калия, во вторую – хлорную воду, в третью – бромную воду (*очки! перчатки!*). Что происходит? Напишите уравнения реакций.

4. Свойства солей железа (III)

а) Определите рН раствора хлорида железа (III) при помощи индикаторной бумаги. Напишите уравнение гидролиза.

Какие соли сильнее гидролизуются в растворах - железа (II) или железа (III)?

б) К раствору хлорида железа (III) в пробирке добавьте раствор карбоната натрия. Что происходит? Каков состав образовавшегося осадка? Напишите уравнение реакции.

в) В две пробирки налейте по 1–2 мл раствора хлорида железа (III). В одну пробирку добавьте несколько капель раствора роданида аммония NH_4SCN , в другую - раствора гексацианоферрата (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (желтой кровяной соли). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Для чего используются эти реакции?

г) В две пробирки налейте по 1–2 мл раствора хлорида железа (III). В одну пробирку добавьте раствор сульфида натрия (в вытяжном шкафу), в другую - раствор иодида калия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

5. Свойства солей кобальта (II)

а) Сделайте надпись на листке бумаги палочкой, смоченной водным раствором хлорида кобальта (II). Видна ли надпись? Осторожно нагрейте листок над пламенем газовой горелки. Что изменилось?

б) К раствору сульфата кобальта (II) пробирке прилейте раствор сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

6. Оксиды кобальта

а) Поместите в фарфоровый тигель 0,5-0,7 г нитрата кобальта (II) и прокалите в вытяжном шкафу в пламени газовой горелки. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Как определить окончание реакции?

б) Полученный оксид кобальта Co_3O_4 поместите в три пробирки. В первую прилейте концентрированной соляной кислоты (*в вытяжном шкафу*), во вторую 1 М раствор азотной кислоты, в третью – 1 М раствор серной кислоты. Что происходит? Какой газ выделяется в каждом случае? Напишите уравнения реакций.

7. Свойства солей никеля (II)

а) Налейте в три пробирки по 1-2 мл раствора сульфата никеля (II). В первую пробирку прилейте раствор карбоната натрия, во вторую - раствор

гидрокарбоната натрия, в третью – раствор сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

8. Гексанитритокобальтат (III) калия

К раствору нитрата кобальта (II) прилейте немного разбавленной уксусной кислоты и избыток раствора нитрита калия (*в вытяжном шкафу!*). Смесь подогрейте. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Синтезы по теме «Железо, кобальт, никель»

Получение железа методом алюмотермии. (*Опыт проводите в вытяжном шкафу под наблюдением преподавателя! Наденьте очки или маску!*). Прокалите в железном тигле оксид железа (III). Приготовьте смесь из 15 г оксида железа и 5 г порошка алюминия. На дно хорошо просушенного тигля поместите 3 г порошка фторида кальция, а затем реакционную смесь и утрамбуйте ее пестиком. В качестве зажигательной смеси возьмите 2-3 г смеси порошка магнезия и пероксида бария, взятых в весовом соотношении 1:9 (*зажигательную смесь ни в коем случае нельзя растирать в ступке!*). Вставьте в зажигательную смесь ленту магнезия. Смесь поджигайте при помощи лучинки, вставленной в длинную стеклянную трубку.

После завершения реакции и охлаждения тигля извлеките “королек” металла и взвесьте. Определите выход в процентах. Напишите уравнение реакции.

Соль Мора. Поместите в колбу или пробирку с клапаном Бунзена 1 г мелко нарезанной железной проволоки и растворите при нагревании в двукратном по отношению к железу количестве 20% раствора серной кислоты. *Осторожно! Водород!* После растворения всего железа раствор при необходимости профильтруйте на бумажном фильтре и смешайте с эквимолярным количеством горячего насыщенного раствора сульфата аммония.

Полученный раствор перенесите в фарфоровую чашку и осторожно упарьте до начала кристаллизации. После охлаждения раствора (лучше медленного) выделившиеся кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте их небольшим количеством предварительно прокипяченной холодной воды и высушите на воздухе. Сухие кристаллы взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

Растворите несколько кристаллов соли в воде и определите, какие ионы присутствуют в растворе.

Гексагидрат сульфата аммония и никеля. (аналог соли Мора). Прибавьте насыщенный раствор 2,5 г гексагидрата сульфата никеля к насыщенному раствору стехиометрического количества сульфата аммония. Полученную смесь и нагрейте в химическом стакане до кипения. Если выпавший вначале осадок полностью не растворился, то добавьте по каплям концентрированный раствор аммиака до полной прозрачности раствора. Раствор кипятите в течение 15-30 мин.

После кипячения дайте раствору постоять 1 час и профильтруйте. К фильтрату добавьте 5 мл 50% серной кислоты и осторожно упарьте до объема 5-7 мл. Выпадение кристаллов гексагидрата двойной соли сульфата никеля и аммония начинается еще в горячем растворе. Охладите раствор в бане со льдом. Кристаллическое вещество отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте вначале водой, охлажденной в бане со льдом, а затем спиртом. Для удаления спирта высушите вещество на воздухе. Сухие кристаллы перенесите в бюкс и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах.

Иодид гексамминникеля (II). Растворите 2,5 г нитрата никеля в возможно малом объеме дистиллированной воды и добавьте такое количество 25% раствора аммиака (*в вытяжном шкафу*), чтобы выпавший вначале осадок полностью растворился. При необходимости раствор профильтруйте на бумажном фильтре. Добавьте насыщенный раствор иодида калия и 10% раствор аммиака до полного осаждения иодида гексамминникеля (II). Выпавший осадок тотчас же отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте вначале концентрированным раствором аммиака, затем смесью спирта и концентрированного раствора аммиака (1:1) и, наконец, этиловым спиртом. Высушите полученный препарат при температуре не выше 100°C. Определите массу продукта и рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите кристаллы под микроскопом. Напишите уравнения реакций.

Х. МЕДЬ, СЕРЕБРО

1. Получение и свойства меди (*групповой опыт*)

а) Налейте в фарфоровую чашку 5 мл раствора сульфата меди и добавьте 1-2 г цинковой пыли. Для увеличения скорости взаимодействия фарфоровую чашку осторожно подогрейте. После завершения реакции раствор слейте, а полученный осадок обработайте 10% раствором соляной кислоты для растворения непрореагировавшего цинка. Полученную медь дважды промойте дистиллированной водой, высушите на фильтровальной бумаге и поместите в 5 пробирок. В первую пробирку прилейте немного 10% раствора соляной кислоты, во вторую – 10% раствора серной кислоты, в третью – 10% раствора азотной кислоты, в четвертую – концентрированной серной кислоты, в пятую – концентрированной азотной кислоты.

б) Поместите в химический стакан 1-2 г полученной меди, прилейте 20-30 мл концентрированного раствора аммиака и пропустите ток воздуха. Напишите уравнения всех реакций.

2. Получение и свойства оксида меди (I) (*один опыт на трех студентов*)

Налейте в пробирку 3-5 мл 10% раствора сульфата меди, добавьте к нему в небольшом избытке 20% раствор гидроксида натрия. К раствору с осадком добавьте избыток глюкозы и перемешайте. Смесь нагрейте почти до кипения и оставьте стоять до завершения реакции восстановления. Полученный оксид меди (I) несколько раз промойте водой методом декантации и разделите на четыре пробирки. В первую пробирку добавьте немного концентрированной серной кислоты (*наденьте очки*), во вторую – 10% раствора серной кислоты, в третью – концентрированного раствора аммиака (полученную смесь оставьте стоять на воздухе), в четвертую – концентрированной соляной кислоты (по каплям). Полученный в четвертой пробирке раствор охладите в бане со льдом и по каплям добавляйте к нему 20% раствор щелочи. Раствор с осадком нагрейте. Отметьте цвет осадков.

Что наблюдается в каждом из опытов? Напишите уравнения реакций.

3. Получение и свойства галогенидов меди (I) (*один из галогенидов на выбор преподавателя*)

а) Хлорид меди (I). Растворите в химическом стакане или фарфоровой чашке 1,0 г хлорида меди (II) в 12 мл дистиллированной воды, добавьте в

раствор 2 мл концентрированной соляной кислоты (*наденьте очки*) и 1,5 г меди. Реакционную смесь нагревайте то тех пор, пока проба раствора, внесенная в пробирку с чистой водой, не перестанет окрашивать воду в голубой цвет. Для сохранения объема раствора постоянным периодически добавляйте воду. По окончании реакции перелейте раствор в стакан с 50 мл холодной воды. Полученный осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте дистиллированной водой. Напишите уравнение реакции.

б) *Бромид меди (I)*. Растворите в химическом стакане 1,0 г бромида меди (II) в 5 мл воды, добавьте к нему 5 мл 1 М раствора серной кислоты и раствор сульфита натрия до прекращения выпадения осадка. Осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте дистиллированной водой. Напишите уравнение реакции.

в) *Иодид меди (I)*. Приготовьте в двух пробирках по 5 мл растворов, содержащих эквивалентные количества иодида калия и сульфата меди (II). Полученные растворы слейте в химическом стакане, подкислите 2-3 мл 1 М раствора серной кислотой и добавьте раствор сульфита натрия до исчезновения окраски иода. Осадок отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре и промойте дистиллированной водой. Напишите уравнения реакций.

г) *Свойства галогенидов меди (I)*.

1) Поместите полученный галогенид меди (I) в три пробирки, в одну прилейте концентрированную соляную кислоту (*наденьте очки*), в другую – раствор соответствующего галогенида калия, в третью – концентрированный раствор аммиака. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

2) Оставьте галогенид меди (I) на воздухе. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

4. Получение и свойства оксида и гидроксида меди (II)

а) К 2-3 мл горячего 5% раствора гидроксида натрия в пробирке добавьте по каплям горячий раствор сульфата меди. Реакционную смесь нагревайте в течение 10 мин. Что наблюдается? Полученный осадок оксида меди промойте дистиллированной водой.

б) К 2-3 мл раствора сульфата меди осторожно при перемешивании добавьте 2% раствор гидроксида натрия. Что наблюдается? Полученный осадок гидроксида меди промойте дистиллированной водой.

в) Осадок оксида меди (II) поместите в три пробирки, в первую прилейте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – концентрированной щелочи, в третью – раствор аммиака. При необходимости растворы

осторожно подогрейте. Что наблюдается? Проведите аналогичные опыты с гидроксидом меди (II). Напишите уравнения реакций.

5. Свойства солей меди (II)

а) Налейте по 1-2 мл раствора сульфата меди (II) в пробирку и прилейте раствор сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

б) Добавьте по каплям к 4-6 мл раствора сульфата меди (II) в пробирке концентрированный раствор аммиака, сначала немного, затем избыток. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Серебро и его соединения

1. Получение и свойства серебра (*групповой опыт*)

Предварительно очищенную медную пластинку или проволоку поместите в пробирку с раствором 0,01 М раствора нитрата серебра. Что наблюдается? Испытайте действие на серебро концентрированной азотной кислоты в пробирке (*наденьте очки*). Напишите уравнения реакций.

Как регенерируют серебро из отходов?

2. Оксиды серебра

а) Оксид серебра (I). Прилейте в пробирку, содержащую 1 мл раствора нитрата серебра, 1 мл 1 М раствора гидроксида натрия. Отметьте цвет осадка. Полученный осадок промойте дистиллированной водой и прилейте к нему 10% раствора аммиака. Напишите уравнения реакций.

б) Диоксид серебра. Налейте в пробирку 2-3 мл 10% раствора гидроксида калия, добавьте 0,5 г пероксодисульфата калия и несколько капель насыщенного раствора нитрата серебра. Содержимое пробирки тщательно перемешайте и нагревайте при 85-90°C в течение 10 мин. Полученный осадок промойте несколько раз дистиллированной водой. Отметьте цвет осадка. Поместите его в две пробирки, в одну прилейте раствор иодида калия, в другую – сульфата марганца (II). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Галогениды серебра

а) В три пробирки налейте по 1 мл раствора нитрата серебра. В первую пробирку прилейте несколько капель раствора хлорида калия, во вторую – бромида калия, в третью – иодида калия. Отметьте цвет осадков. Каждый из полученных осадков разделите на две части и поместите в отдельные пробирки.

б) В одну пробирку с раствором хлорида серебра добавьте концентрированный раствор аммиака (сначала немного, а потом избыток), в другую - раствор тиосульфата натрия. Что наблюдается?

Проведите аналогичные опыты с бромидом и иодидом серебра. Напишите уравнения реакций.

1. Является ли «гидроксид серебра (I)» сильным основанием? Как это доказать?
2. На основании проведенных опытов сопоставьте растворимость различных галогенидов серебра, а также устойчивости комплексных соединений серебра.

4. Серебрение (групповой опыт)

а) Приготовление аммиачного раствора гидроксида серебра. Растворите в химическом стакане 0,25 г нитрата серебра в 4 мл дистиллированной воды, осторожно по каплям, прибавьте концентрированный раствор аммиака до растворения выделившегося осадка. Добавьте 9 мл 3% раствора гидроксида натрия, а затем снова раствор аммиака до исчезновения мути. Перелейте раствор в мерный цилиндр и добавьте воды до 20 мл.

б) Приготовление раствора глюкозы. Растворите в химическом стакане 0,4 г глюкозы в 8 мл воды, добавьте 1 каплю концентрированного раствора азотной кислоты и прокипятите смесь в течение 2 мин. Раствор охладите и добавьте равный объем спирта.

С какой целью добавляют азотную кислоту?

в) Очистка сосуда перед серебрением. Тщательно вымойте пробирку раствором хромовой смеси, водопроводной, а затем дистиллированной водой и, наконец, спиртом.

г) Серебрение. Смешайте в стакане аммиачный раствор оксида серебра с раствором глюкозы в соотношении 10:1. Налейте в подготовленную пробирку 4-5 мл реакционной смеси и нагревайте в стакане с водой при 50 – 60°C до получения плотного зеркального покрытия на внутренней поверхности пробирки.

Синтезы по теме «Медь, серебро»

Гексагидрат двойного сульфата аммония и меди (аналог соли Мора). Растворите в химическом стакане при нагревании 1,0 г пентагидрата сульфата меди в 2,0 мл дистиллированной воды и прибавьте к нему насыщенный при 60°C раствор эквимольного количества сульфата аммония. Охладите полученный раствор в бане со льдом. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре, высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах.

Полученные кристаллы рассмотрите под микроскопом и сравните с кристаллами пентагидрата сульфата меди (II).

Ацетилацетонат меди (II). Приготовьте в стакане раствор сульфата меди (II), растворив 3,0 г соли в 10 мл дистиллированной воды. Добавьте эквимолярное количество ацетилацетона и при постоянном перемешивании добавьте насыщенный раствор карбоната натрия до прекращения выделения газа. Полученный осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера, затем растворите в хлороформе, раствор профильтруйте через бумажный фильтр и оставьте в вытяжном шкафу до полного испарения растворителя. Полученные кристаллы перенесите в бюкс и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Испытайте полученное вещество к нагреванию. Напишите уравнения реакций.

1. Нарисуйте схему строения ацетилацетоната меди.
2. Почему образование комплекса лучше проходит в щелочной среде?

Бисоксалатокупрат (II) калия. Раствор 2,5 г пентагидрата сульфата меди в 10 мл дистиллированной воды нагрейте в химическом стакане до 90°C и при интенсивном перемешивании быстро добавьте нагретый до 90°C раствор, содержащий 7,4 г моногидрата оксалата калия в 20 мл дистиллированной воды. Полученную смесь охладите до 10°C. Осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте на фильтре холодной дистиллированной водой. Вещество высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом. Испытайте полученный бисоксалатокупрат (II) калия к действию кислот (кристаллы растворите в теплой воде и добавьте несколько капель кислоты) и нагреванию. Напишите уравнения реакций.

Сульфат тетраамминмеди (II). Растворите в химическом стакане 0,5 г мелкокристаллического пентагидрата сульфата меди (II) в 12,5 мл 15% раствора аммиака (в вытяжном шкафу). Если раствор получился мутный, то профильтруйте его на бумажном фильтре. К фильтрату добавьте 7,5 мл этанола и оставьте на некоторое время на холоду. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке со стеклянным фильтрующим дном и промойте вначале смесью этанола с концентрированным раствором аммиака (1:1), а затем, последовательно, этанолом и диэтиловым эфиром. Полученное вещество перенесите в бюкс и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций. Рассмотрите кристаллы сульфата тетраамминмеди (II) под микроскопом и сравните с кристаллами пентагидрата сульфата меди (II).

XI. ЦИНК, КАДМИЙ

1. Оксиды цинка и кадмия (*групповой опыт*)

Поместите в один тигель несколько кристаллов нитрата цинка, в другой – нитрата кадмия. Нагрейте оба тигля на газовой горелке сначала осторожно, а затем сильно (*в вытяжном шкафу*). Какой цвет имеют получившиеся оксиды?

2. Гидроксиды цинка и кадмия

Налейте в две пробирки по 1 мл раствора нитрата цинка, в первую прилейте 10% раствора щелочи (сначала по каплям, затем избыток), во вторую – 10% раствор аммиака. Проведите аналогичный опыт с раствором нитрата кадмия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Сульфиды цинка и кадмия

а) Налейте в пробирку 1 мл раствора нитрата цинка и прилейте к нему несколько капель раствора сульфида натрия (*в вытяжном шкафу*). Полученный осадок промойте дистиллированной водой и поместите в две пробирки. В первую пробирку прилейте немного 1 М раствора соляной кислоты, во вторую – концентрированную соляную кислоту. Проведите аналогичный опыт с кадмием. Что происходит? Напишите уравнения реакций

Синтезы по теме «Цинк, кадмий, ртуть»

Карбонат кадмия. Растворите в химическом стакане 1,8 г хлорида кадмия в 10 мл дистиллированной воды. К полученному раствору прилейте раствор карбоната аммония с 10% избытком. Выпавший осадок растворите в концентрированном растворе аммиака (*в вытяжном шкафу*). Полученный прозрачный раствор перенесите в фарфоровую чашку и упарьте до образования кристаллов. Раствор охладите, а кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Вещество высушите в сушильном шкафу при 60°C, перенесите в бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

Получение пленки сульфида кадмия. Приготовьте в химическом стакане 20 мл 10% раствора нитрата кадмия. Добавьте концентрированного раствора аммиака (*в вытяжном шкафу*) до полного растворения выпавшего вначале осадка. В раствор внесите 0,5 г тиомочевины и

перемешайте. Поместите в стакан тщательно вымытое предметное стекло и грейте раствор на горелке в течение 10 – 15 мин. Выньте предметное стекло из раствора. Что произошло? Стекло промойте водой, высушите и рассмотрите под микроскопом. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Охладите раствор, осадок отфильтруйте на бумажном фильтре, промойте водой, высушите и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Выпавшие кристаллы рассмотрите под микроскопом.

НЕОРГАНИЧЕСКИЕ СИНТЕЗЫ, ПРЕДЛАГАЕМЫЕ В КАЧЕСТВЕ ЭКВИВАЛЕНТА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ ЧАСТИ КУРСОВОЙ РАБОТЫ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Гексахлоромолибдат (III) калия (аммония) и нонахлородимолибдат (III) аммония

Синтез гексахлоромолибдата (III) калия $K_3[MoCl_6]$ (аммония $(NH_4)_3[MoCl_6]$) и наонахлородимолибдата (III) аммония $(NH_4)_3[Mo_2Cl_9]$ осуществляется в две стадии. Вначале получают раствор гексахлоромолибденовой (III) кислоты, затем добавляют хлорид калия (аммония) для выделения соответствующего соединения. Осаждение наонахлородимолибдата (III) аммония ведется в присутствии хлорида цинка.

1. Гексахлоромолибдат (III) калия

Получение раствора гексахлоромолибденовой (III) кислоты

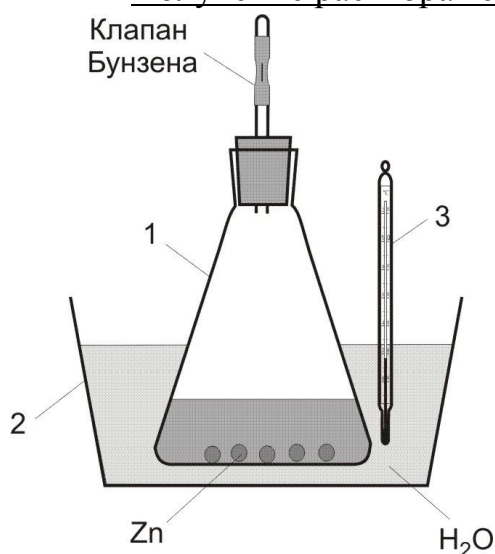


Рис.4. Восстановления
молибденовой кислоты
цинком

Поместите в химический стакан 5 г молибденовой кислоты, прилейте 25 мл концентрированной соляной кислоты (*защитные очки*). Смесь подогрейте на горелке через асбестовую сетку при перемешивании стеклянной палочкой до полного растворения молибденовой кислоты и получения прозрачного раствора.

Полученный лимонно-желтый раствор перенесите в коническую колбу. Добавьте 7 г гранулированного цинка, закройте колбу пробкой с клапаном Бунзена и поместите в баню с водой (рис.4). Поддерживайте температуру воды в бане равной 15 - 20°C. Вначале раствор приобретает зеленую окраску соединения молибдена (V).

Восстановление молибдена ведите до появления характерного красно-коричневого цвета раствора соединения молибдена (III). *Осторожно! Водород!*

Для проверки полноты восстановления налейте в пробирку 1 – 2 мл концентрированной соляной кислоты, прибавьте пипеткой 1 - 2 капли

полученного раствора и нагрейте до кипения. Вишнево-красная окраска раствора в проходящем свете свидетельствует о полном восстановлении молибдена (VI) до молибдена (III).

Раствор осторожно декантируйте с непрореагировавшего цинка в другую чистую коническую колбу, охладите в бане со льдом и пропустите ток хлороводорода до насыщения (*в вытяжном шкафу*). Полноту поглощения контролируйте периодическим взвешиванием колбы с раствором. Должно поглотиться 7,5 – 8,0 г хлороводорода. Напишите уравнения реакций.

Гексахлоромолибдат (III) калия

Закройте колбу с полученным солянокислым раствором гексахлоромолибденовой (III) кислоты клапаном Бунзена и нагрейте на водяной бане до 40-50°C. Добавьте к раствору небольшими порциями хлорид калия, взятый с 10% избытком до полного растворения хлорида калия при непрерывном перемешивании.

Оставьте раствор медленно охлаждаться до комнатной температуры (лучше на ночь) для кристаллизации гексахлоромолибдата (III) калия. Для увеличения выхода раствор можно дополнительно охладить в бане со льдом. Выпавшие коричнево-красные кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре вначале промойте 3 - 5 мл охлажденной концентрированной соляной кислоты (*наденьте очки*) и смесью охлажденных концентрированной соляной кислоты и этанола (1:1), затем дважды этанолом (по 3-5 мл) и, наконец, эфиром 3 раза по 3 мл (*вдали от огня*). Кристаллы высушите на фильтре и перенесите в бюкс. Взвесьте вещество и определите выход в процентах. Напишите уравнения реакций. Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом и зарисуйте их форму.

2. Гексахлоромолибдат (III) аммония

Закройте колбу с полученным ранее раствором гексахлоромолибденовой (III) кислоты клапаном Бунзена и нагрейте на водяной бане до 40-50°C. Добавьте к раствору небольшими порциями при непрерывном перемешивании хлорид аммония, взятый с 30% избытком до полного растворения хлорида аммония.

Оставьте раствор медленно охлаждаться до комнатной температуры (лучше на ночь) для кристаллизации гексахлоромолибдата (III) аммония. Для увеличения выхода раствор дополнительно охладите в бане со льдом. Выпавшие розово-красные кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре промойте вначале 3-5 мл охлажденной концентрированной соляной кислоты (*наденьте очки*) и смесью охлажденных концентрированной соляной кислоты и этанола (1:1), затем дважды этанолом (по 3-5 мл) и, наконец, эфиром 3 раза по 3 мл (*вдали от*

огня). Полученное кристаллическое вещество высушите на фильтре и перенесите в бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций. Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом и зарисуйте их форму.

3. Нонахлородимолибдат (III) аммония

Колбу с полученным ранее раствором гексахлоромолибденовой (III) кислоты закройте клапаном Бунзена, подогрейте на водяной бане до 40-50°C и перенесите на магнитную мешалку с электроплиткой. Включите перемешивание с нагреванием и при интенсивном перемешивании растворите небольшими порциями вначале 30 г гексагидрата хлорида цинка для димеризации MoCl_6^{3-} в $\text{Mo}_2\text{Cl}_9^{3-}$, а затем 3,0 г хлорида аммония.

Оставьте раствор медленно охлаждаться до комнатной температуры (лучше на ночь). Для увеличения выхода раствор можно дополнительно охладить в бане со льдом. Выпавшие темно-розовые, почти красные, кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре промойте вначале 3-5 мл охлажденной концентрированной соляной кислоты и смесью охлажденных концентрированной соляной кислоты (*наденьте очки*) и этанола (1:1), затем дважды этанолом (по 3-5 мл) и, наконец, эфиром 3 раза по 3 мл (*вдали от огня*). Кристаллы просушите на фильтре и перенесите в заранее взвешенный бюкс. Взвесьте вещество и определите выход в процентах. Напишите уравнения реакций. Какова роль хлорида аммония?

Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом и зарисуйте их форму. Кристаллы онахлородимолибдата (III) аммония имеют форму гексагональных пластинок.

4. Нитрид магния

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис.5. В колбу Вюрца 1 поместите твердый гидроксид натрия в количестве не менее 1/3 объема колбы (*очки! перчатки!*). В капельную воронку 2 налейте 25% раствор аммиака. Промывалки 3 и 9 (счетчики пузырьков) заполните вазелиновым маслом, а осушительные колонки 4 – твердым гидроксидом калия. Взвесьте фарфоровую лодочку 7 и поместите в нее 0,5 г стружек или порошка магния. Магний предварительно обработайте раствором хлорида аммония, промойте спиртом и высушите на воздухе. Внесите лодочку 7 с магнием в кварцевый реактор 5. Медленно приоткройте кран капельной воронки 2 и, добавляя по каплям раствор аммиака к твердой щелочи, заполните прибор газообразным аммиаком. Поток газа регулируйте по скорости пробульживания в последней промывалке (1 – 2 пузырька в сек). Включите печь 6, повысьте температуру до 800°C и выдержите при этой температуре 1 час. Затем отключите печь и охладите реактор 5 в токе аммиака.

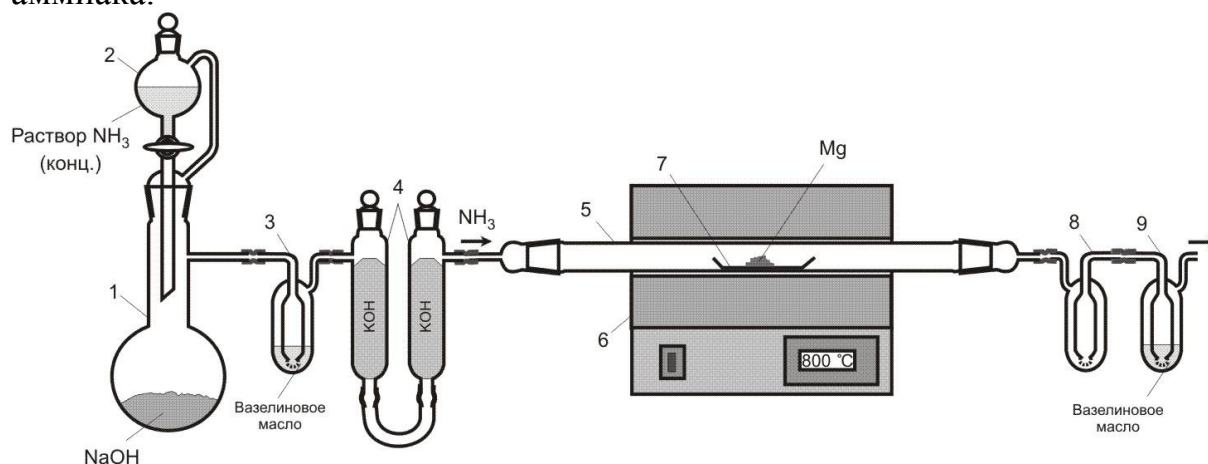


Рис.5. Прибор для получения нитрида магния.

1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 9 – промывалки-счетчики пузырьков, 4 – осушительные колонки, 5 – кварцевый реактор, 6 – трубчатая печь, 7 – лодочка с магнием, 8 – предохранительная

Извлеките лодочку из реактора, полученное вещество перенесите в заранее взвешенную пробирку, закройте пробкой и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах от теоретически возможного.

Чтобы убедиться в полноте прохождения реакции, небольшое количество полученного препарата поместите в пробирку и добавьте 1 – 2 мл 1 М раствора соляной кислоты. Если остался непрореагировавший магний, то должно наблюдаться выделение пузырьков газа (какого?). Часть вещества поместите на часовое стекло и добавьте 2 – 3 капли концентрированного раствора щелочи. Какой газ выделяется? Напишите уравнения реакций.

5. Тетрахлорид титана (ванадия)

Соберите в вытяжном шкафу прибор, предназначенный для хлорирования кремния (рис.6). Реактор 5 установите с небольшим наклоном в сторону приемника 9. Все части прибора должны быть тщательно высушены. В колбу Вюрца 1 поместите 20 г перманганата калия, смоченного 5 мл воды, а в капельную воронку 2 – 30 мл концентрированной соляной кислоты.

Внесите в реактор 0,5 г стружек металлического титана (порошка ванадия), помещенные в фарфоровую лодочку 7. Вытесните воздух из прибора током сухого хлора. Нагрейте в токе хлора лодочку с веществом горелкой с насадкой «ласточкин хвост», поместив над зоной нагрева экран из листового асбеста 8 («домик»). После прекращения горения титана (взаимодействия ванадия) и конденсации тетрахлорида титана (ванадия) уберите горелку и охладите реактор в токе хлора.

Полученный тетрахлорид титана осторожно перелейте (*очки! только в вытяжном шкафу!*) в колбу с 10 мл концентрированной соляной кислоты. Напишите уравнение реакции.

Несколько капель вещества внесите в небольшое количество воды (*в вытяжном шкафу!*). Что наблюдается? Определите pH раствора. Каковы продукты гидролиза тетрахлорида титана (ванадия)? Напишите уравнения реакций.

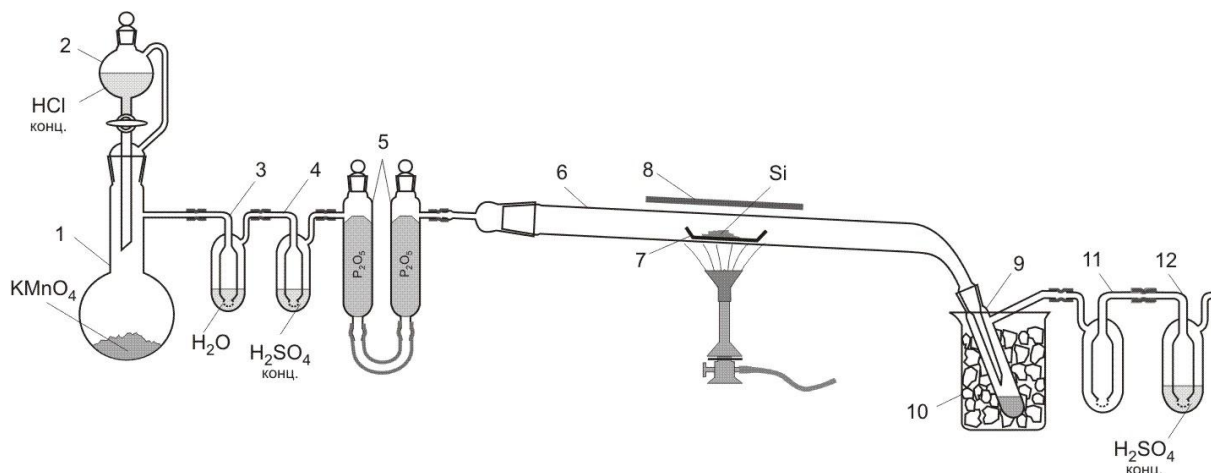


Рис. 6. Прибор для получения тетрахлорида кремния.

- 1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка с водой, 4, 12 – промывалки с H₂SO₄, конц., 5 – осушительные колонки, 6 – реактор, 7 – лодочка, 8 – асбестовый экран («домик»), 9 – пробирка Вюрца-приемник, 10 – баня с охлаждающей смесью, 11 – предохранительная промывалка.

6. Получение хлорида кобальта (II) хлорированием металла

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис.7. В колбу Вюрца 1 поместите 30 г предварительно растертого перманганата калия и смочите его небольшим количеством воды, в капельную воронку 2 налейте концентрированную соляную кислоту. Заполните промывалки 4 и 10 концентрированной серной кислотой, а промывалку 5 – сухим тетрахлоридом углерода.

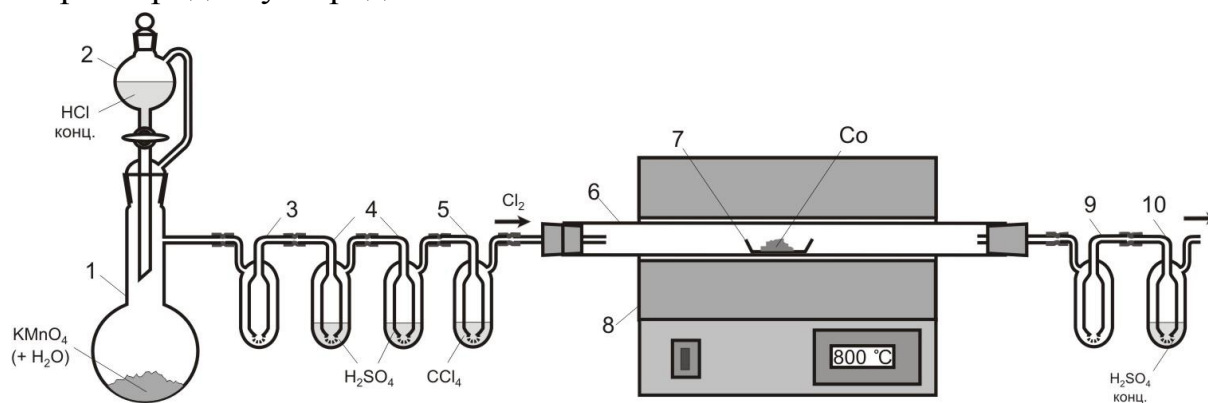


Рис.7. Прибор для получения хлорида кобальта.

1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 9 – предохранительные промывалки, 4, 10 – промывалки с H_2SO_4 (конц.), 5 – промывалка с CCl_4 , 6 – реактор, 7 – лодочка, 8 – печь трубчатая с терморегулятором.

Поместите в лодочку 7 (фарфоровую или кварцевую) 0,3 г порошка кобальта и внесите ее при помощи длинной стеклянной трубки в кварцевый реактор 6. Лодочка должна находиться в центральной части печи. Медленно приоткройте кран капельной воронки 2 и, добавляя по каплям концентрированную соляную кислоту к перманганату калия, пропустите ток хлора через реактор 7. После вытеснения воздуха из прибора сухим хлором включите печь 8 и повысьте температуру в печи до 800°C . Ток хлора отрегулируйте по скорости пробулькивания через промывалку 11 (1-2 пузырька в сек). Хлорирование ведите в течение 1 час. После завершения синтеза отключите печь и охладите вещество в токе хлора. Полученный хлорид кобальта (II) перенесите в заранее взвешенный бюкс, взвесьте и определите выход в процентах. Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом, отметьте цвет и форму кристаллов. Часть кристаллов оставьте на воздухе. Как изменяется их окраска? Напишите уравнения реакций.

7. Получение хлорида хрома (III) хлорированием металла

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис.8. В колбу Вюрца 1 поместите 30 г мелко растертого перманганата калия и смочите его небольшим количеством воды, в капельную воронку 2 налейте концентрированную соляную кислоту. Заполните промывалки 4 и 9 концентрированной серной кислотой, предохранительные промывалки 3 и 8 оставьте пустыми.

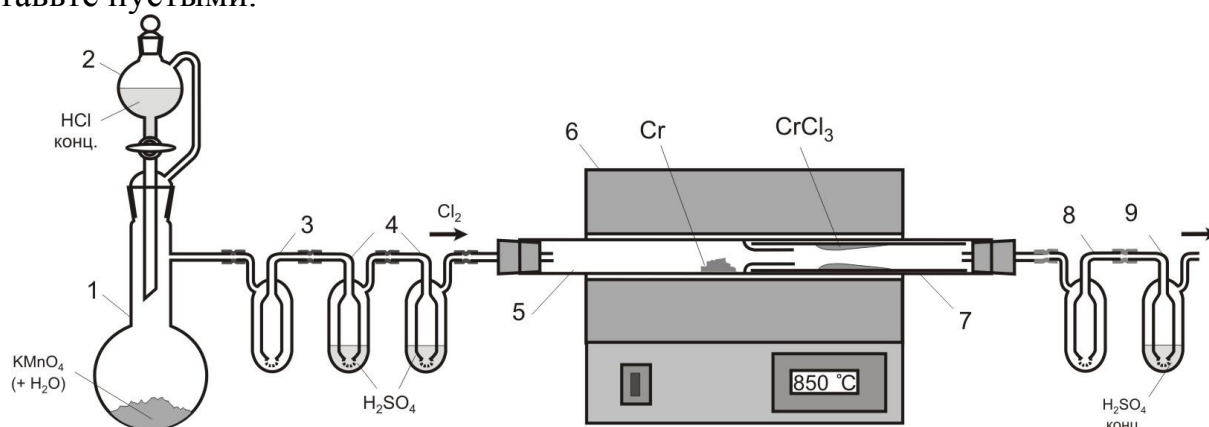


Рис.8 Прибор для получения хлорида хрома (III).

1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 8 – предохранительные промывалки, 4, 9 – промывалки с серной кислотой (конц.), 5 – реактор, 6 – трубчатая печь, 7 – вкладыш.

Поместите 0,3 г порошка хрома без лодочки в реактор 5. Медленно приоткройте кран капельной воронки 2 и, добавляя по каплям концентрированную соляную кислоту к перманганату калия, пропустите ток хлора через реактор 5. Вытесните воздух из реактора током сухого хлора, включите печь 6 и повысьте температуру до 830-850°C. Поток хлора установите по скорости пробулькивания через промывалку 9 (1-2 пузырька в секунду). Хлорирование ведите в течение 1 час. Затем отключите печь и охладите реактор в токе хлора. Перенесите синтезированный хлорид хрома (III) в заранее взвешенный бюкс, взвесьте и определите выход в процентах. Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом, отметьте цвет и форму кристаллов. Несколько кристаллов поместите в пробирку с водой. Что наблюдается?

8. Хлорид железа (II)

Соберите в вытяжном шкафу прибор для проведения реакции железа с сухим хлороводородом, изображенный на рис.9.

В реакционную трубку 5 поместите фарфоровую лодочку 7 с 0,5 г железной проволоки или железных опилок. Вытесните воздух из прибора хлороводородом, включите печь и проведите хлорирование железа в токе хлороводорода при 550-600°C до полного расходования металла (~ 1 час), затем охладите печь, не прекращая пропускать газ. После охлаждения полученное вещество перенесите в бюкс и взвесьте. Напишите уравнения реакций.

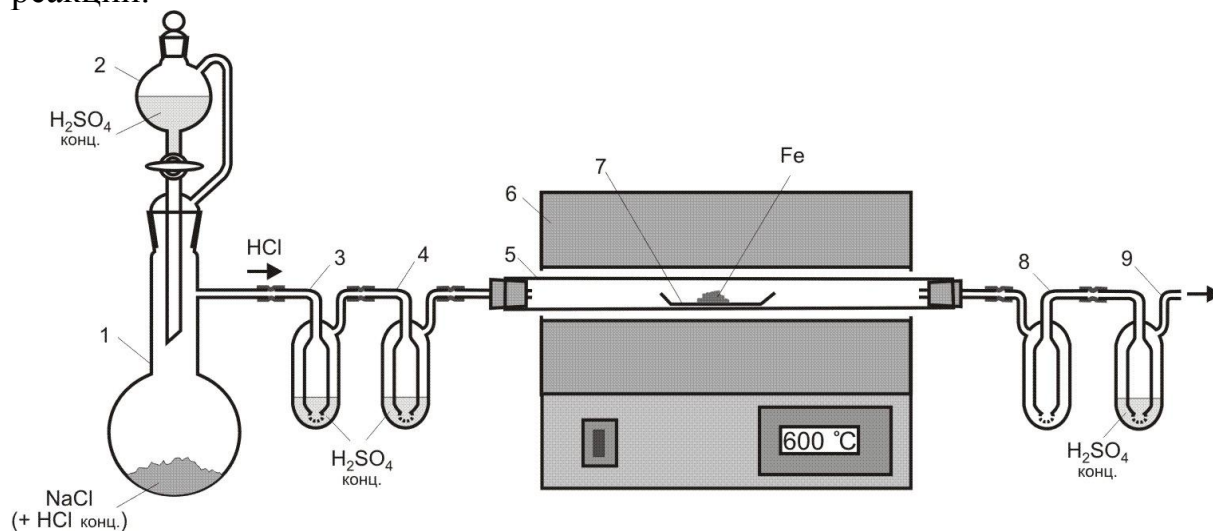


Рис. 9. Получение хлорида железа (II).

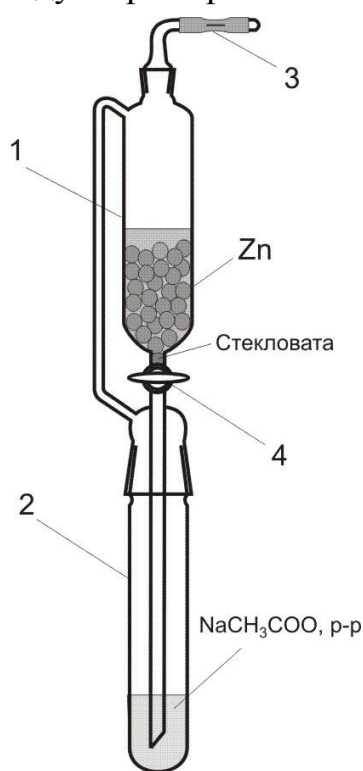
1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 4 – промывалки с серной кислотой, 5 – реакционная трубка, 6 – печь, 7 – лодочка с железом, 8 – предохранительная промывалка, 9 – промывалка с серной кислотой.

9. Ацетат хрома (II)

Соберите прибор, изображенный на рис.10. Заполните редуктор 1 на $\frac{1}{2}$ объема гранулированным цинком. В реактор 2 поместите насыщенный водный раствор ацетата натрия в количестве, превышающем стехиометрическое на 30%.

В коническую колбу емкостью 50 мл поместите 2,5 г гидрата хлорида хрома (III). Растворите препарат в минимальном количестве воды. К полученному раствору добавьте равный объем концентрированной соляной кислоты. Раствор осторожно, не допуская бурного взаимодействия кислоты с цинком (*наденьте защитные очки!*), перенесите в редуктор 1. Редуктор закройте клапаном Бунзена 3.

Восстановление хрома (III) ведите до характерного изменения окраски раствора от зеленой до небесно-голубой. *Осторожно! Водород!*



Откройте кран 4 и слейте раствор хлорида хрома (II) из редуктора 1 в реактор 2. Если растворы ацетата натрия и хлорида хрома не смешались, то перемешайте их покачиванием реактора. Отделите выпавший осадок на воронке Бюхнера и промойте (по 2-3 раза) вначале водой, а затем последовательно спиртом и эфиром (*вдали от огня*), не допуская контакта влажного вещества с воздухом (влажный ацетат хрома мгновенно окисляется на воздухе!).

Для этого фильтрование не ведите "досуха", следите, чтобы вещество все время находилось под слоем жидкости (не менее 3-5 мм), и только после последнего промывания эфиром фильтрование можно провести до конца.

Рис.10. Прибор для синтеза ацетата хрома.

1 – Редуктор, 2 – реактор,
3 – клапан Бунзена, 4 – кран.

Полученное вещество перенесите с фильтра на часовое стекло и досушите на воздухе до исчезновения запаха эфира, затем сразу же поместите в оттянутую взвешенную пробирку и запаяйте (*в защитных очках!*). Взвесьте ампулу с остатком пробирки, рассчитайте выход в процентах.

Оставшееся на фильтре вещество смочите небольшим количеством воды и наблюдайте за изменением окраски. Чем это объясняется? Напишите уравнения реакций.

10. Гексанитритокобальтат (III) натрия (комплекс Фишера)

Растворите 15 г нитрита натрия в 20 мл кипящей дистиллированной воды в плоскодонной колбе, затем раствор охладите до 50-60°C, добавьте 5,0 г гексагидрата нитрата кобальта (II) и при встряхивании, небольшими порциями, - 5 мл 50% раствора уксусной кислоты. Пропустите через раствор, охлажденный до комнатной температуры, сильный ток воздуха в течение, по меньшей мере, получаса. Осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера, фильтрат должен быть прозрачным. Вещество с фильтра перенесите в стакан с 10 мл воды, нагретой до 70-80°C, тщательно перемешайте и вновь отфильтруйте на том же фильтре. Фильтраты объедините и прилейте к ним 30 мл этилового спирта. Раствор оставьте на несколько часов для кристаллизации. Выпавший осадок отделите на стеклянном пористом фильтре, промойте спиртом, а затем эфиром и высушите на воздухе. Полученное вещество взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите кристаллы под микроскопом. Напишите уравнения реакций.

11. Триоксалатоферрат (III) калия.

Поместите в химический стакан 6,0 г моногидрата оксалата калия, добавьте 20 мл дистиллированной воды и нагрейте до растворения (не кипятите!). Во втором стакане растворите 3,0 г гексагидрата хлорида железа (III) в минимальном количестве холодной воды (~6-10 мл). Добавьте раствор хлорида железа в теплый раствор оксалата калия и перемешайте. Охладите полученный раствор в бане со льдом для кристаллизации (*Защитайте раствор от яркого света! Что происходит на свету?*). Выпавшие кристаллы отделите на воронке Бюхнера, промойте на фильтре 10 мл ацетона и для осушения в течение нескольких минут пропускайте воздух через фильтр.

Перекристаллизуйте полученное вещество. Для этого препарат поместите в стакан, добавьте дистиллированной воды из расчета 2,6 мл на 1,0 г и нагрейте до полного растворения. При наличии нерастворимых примесей раствор профильтруйте на воронке для горячего фильтрования. Фильтрат охладите в бане со льдом, выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, дважды промойте ледяной дистиллированной водой (5 мл). Вещество перенесите в фарфоровую чашку и высушите в сушильном шкафу при 50°C в течение 30 мин. Сухие кристаллы поместите в бюкс и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

Препарат нельзя запаивать в ампулу!

12. Оксопентахлоромолибдат (V) аммония.

Соберите в вытяжном шкафу прибор для получения хлороводорода. Смесь 2,0 г гептамолибдата (VI) аммония и 15 мл концентрированной соляной кислоты нагрейте в химическом стакане при постоянном перемешивании до кипения и прибавьте рассчитанное по уравнению реакции количество иодида аммония. Раствор осторожно прокипятите, пока весь иод не улетучится и охладите в смеси льда с хлоридом натрия. Через охлажденный раствор пропустите ток газообразного хлороводорода до насыщения. Выпавшие светло-зеленые кристаллы $(\text{NH}_4)_2[\text{MoOCl}_5]$ отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре, высушите в эксикаторе над твердым гидроксидом калия и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

13. Хлорид карбонатотетрамминкобальта (III)

В химическом стакане приготовьте насыщенный раствор исходя из 3.8 г гексагидрата хлорида кобальта $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (раствор 1). В другом стакане растворите в 50 мл дистиллированной воды 10 г карбоната аммония и прилейте 30 мл концентрированного раствора аммиака (в вытяжном шкафу) (раствор 2). Слейте растворы 1 и 2 и пропустите через образовавшийся раствор сильный ток воздуха (для окисления кобальта) при постоянном перемешивании. При этом фиолетовый цвет раствора изменяется на вишнево-красный.

Затем раствор поместите в большую фарфоровую чашку и упарьте до объема 30 мл, прибавляя время от времени небольшими порциями твердый карбонат аммония. Горячий раствор после упаривания отфильтруйте на воронке для горячего фильтрования, фильтрат разбавляют дистиллированной водой до объема 50 мл и прибавляют 150 мл спирта. Выпавшие кристаллы $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{Cl}$ отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте спиртом. Напишите уравнения реакций. Рассчитайте выход продукта по отношению к взятому количеству хлорида кобальта.

14. Хромокалиевые квасцы и выращивание их монокристаллов

В химический стакан налейте 50 мл дистиллированной воды и растворите в ней 5,0 г дихромата калия, затем добавьте концентрированной серной кислоты (в полуторном избытке от теоретического). Стакан с раствором охладите до комнатной температуры, а затем поставьте в воду со льдом. Закрепите над стаканом капельную воронку с рассчитанным количеством этилового спирта (требуемое количество спирта определите из уравнения реакции и возьмите с двукратным избытком) и прибавьте при непрерывном перемешивании по каплям к раствору. Следите за тем, чтобы температура не поднималась до 40°C. Стакан с раствором прикройте фильтровальной бумагой и оставьте до следующего занятия. Напишите уравнение реакции.

Выпавшие кристаллы отфильтруйте, высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Рассмотрите форму кристаллов хромокалиевых квасцов под микроскопом и сравните с кристаллами алюмокалиевых квасцов.

Выберите наиболее совершенный кристалл квасцов, привяжите его при помощи волоса к стеклянной палочке и опустите в маточный раствор. Прикройте стакан фильтровальной бумагой. В течение нескольких занятий наблюдайте, как растет кристалл. При необходимости доливайте маточный раствор.

Приготовьте в стакане емкостью 50 мл насыщенный при комнатной температуре раствор алюмокалиевых квасцов и подвесьте в нем выросший кристалл хромокалиевых квасцов. Прикройте стакан фильтровальной бумагой и оставьте до следующего занятия. Что наблюдается? После завершения опыта кристалл извлеките из раствора, осушите фильтровальной бумагой и взвесьте. Зарисуйте форму кристалла. Сохранить кристалл можно только в герметичной емкости, так как он выветривается на воздухе.

15. Хлорид гексамминкобальта (III)

Растворите в 5 мл дистиллированной воды при комнатной температуре 4,0 г гексагидрата хлорида кобальта (II) и 3,0 г хлорида аммония. Добавьте к смеси 0,25 г активированного угля и 25 мл 25% раствора аммиака (в вытяжном шкафу). В полученную смесь прилейте маленькими порциями 30% раствор пероксида водорода до прекращения выпадения оранжево-желтого осадка. Осадок вместе с активированным углем отфильтруйте вначале на неразогретой воронке для горячего фильтрования и промойте малыми порциями холодной воды до исчезновения в фильтрате красной окраски. Затем разогрейте воронку для горячего фильтрования и минимальными порциями кипящего 1% раствора соляной кислоты растворите осадок хлорида гексамминкобальта (III). Соберите фильтрат в стакан и охладите в бане со льдом. Выпавшие кристаллы отделите на воронке Бюхнера. Промойте вещество на фильтре сначала ледяной водой, а затем этиловым спиртом и высушите на воздухе. Сухие кристаллы перенесите в бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнения реакций.

16. Хлорид гексааквахрома (III)

Растворите 2,5 г хромокалиевых квасцов в 10 мл охлажденной концентрированной соляной кислоты и 2,5 мл воды. Раствор профильтруйте, охладите до 10-15°C и пропустите через него ток газообразного хлороводорода до насыщения (рис.11). Выпавший осадок отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре, промойте вначале небольшим количеством охлажденной концентрированной соляной кислоты (*наденьте очки*), а затем ацетоном (*вдали от огня*) до получения бесцветного фильтрата. Кристаллы перенесите в заранее взвешенный бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнение реакции.

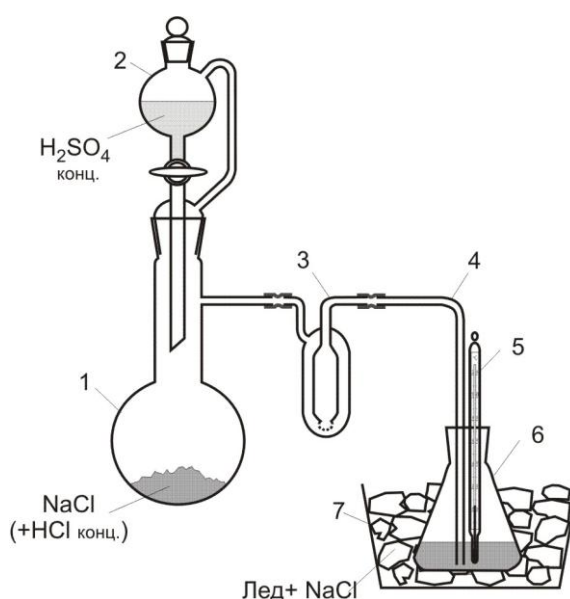


Рис.11. Прибор для получения хлорида гексааквахрома (III).

1 – Колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – предохранительная промывалка, 4 – газоподводящая трубка, 5 – термометр, 6 – стакан, 7 – баня с охлаждающей смесью.

17. Гексагидрат молибдоманганата (IV) аммония $(\text{NH}_4)_6(\text{MnMo}_9\text{O}_{32}) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Растворите 10 г тетрагидрата гептамолибдата аммония в 100 мл воды при слабом нагревании горелкой через асбестовую сетку. Охладите раствор до комнатной температуры и подкислите 20% серной кислотой, добавляя её по каплям из капельной воронки при непрерывном перемешивании на магнитной мешалке до pH 3 – 3,5 (рис.12).

К полученному раствору прибавьте свежеприготовленный раствор 1 г перманганата калия в 70 мл воды и, перемешивая стеклянной палочкой нагрейте, его до 70-80°C. Перенесите стакан с горячим раствором на магнитную мешалку с включенным электроподогревом и при постоянном перемешивании медленно по каплям (1 капля за 5 сек) прибавляйте из

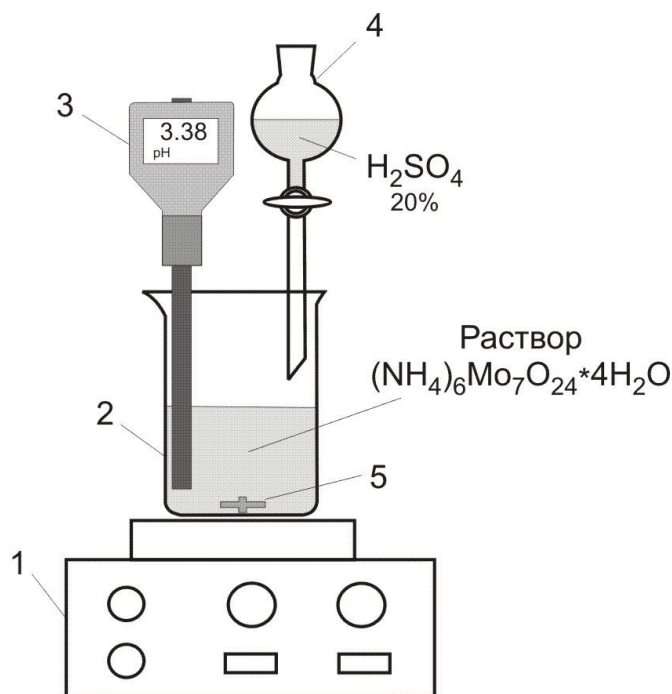


Рис. 12. Подкисление раствора гептамолибдата аммония.

1 – Магнитная мешалка, 2 – стакан, 3 – pH-метр, 4 – капельная воронка, 5 – перемешивающий стержень.

бюретки свежеприготовленный 3% раствор пероксида водорода до перехода фиолетовой окраски в оранжевую. Для этого потребуется около 15 мл пероксида водорода

Закройте стакан часовым стеклом и оставьте охлаждаться на ночь на холоду. Выпавшие оранжево-красные кристаллы отфильтруйте на воронке со стеклянным фильтрующим дном, промойте

небольшим количеством воды, охлажденной в бане со льдом, перенесите на взвешенное часовое стекло, высушите на воздухе и взвесьте.

Рассчитайте выход в процентах по отношению к взятому количеству перманганата калия. Напишите уравнения реакций.

Полученные кристаллы рассмотрите под микроскопом, зарисуйте их форму.