

ВЫСШЕЕ ПРОФЕССИОНАЛЬНОЕ ОБРАЗОВАНИЕ

Р.В. Панин, С.Я. Истомин, П.С. Бердоносов

ПРАКТИКУМ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

I 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. Коренев, Н. А. Субботина, М. Е. Тамм. Под ред. Ю.Д.Третьякова — М.: Издательский центр «Академия», 2004. — 384 с. 18ВК 5-7695-1568-6.

Переработку материалов в соответствии с программой обучения студентов химического факультета Бакинского филиала МГУ имени М.В. Ломоносова провели Р.В. Панин, С.Я. Истомин, П.С. Бердоносов.

Москва – Баку 2010 г.

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Данное пособие представляет собой переработку издания практикума по неорганической химии, выполненную коллективом авторов (Р.В. Панин, С.Я. Истомин, П.С. Бердоносков) 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 или сокращены эксперименты, проведение которых связано с повышенной опасностью или ядовитостью соответствующих соединений (водород, бром, сероводород, аммиак, белый фосфор);

2) в описании опытов повышенное внимание уделено необходимости неукоснительного соблюдения правил техники безопасности при работе в лаборатории;

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

4) усилен акцент на проведение экспериментов, характеризующих определенные тенденции в изменении свойств (кисотно-основных, окислительно-восстановительных) основных групп соединений, и напротив, некоторые однотипные пробирочные опыты переведены в категорию «один опыт на подгруппу» или «один опыт на стол»;

5) дополнительные синтезы подобраны и сформулированы таким образом, чтобы на примере изучения свойств синтезированного продукта можно было охарактеризовать общие свойства более широкого круга веществ.

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
(I СЕМЕСТР)**

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ НЕОРГАНИЧЕСКОЙ
ХИМИИ**

ВВЕДЕНИЕ

Работа в лаборатории и техника эксперимента.

1. Меры безопасности при работе в практикуме по неорганической химии.
2. Лабораторный журнал и правила его оформления.
3. Химическая посуда.
4. Химические реактивы.
5. Оборудование.
6. Основные приемы проведения химического эксперимента.
7. Основные принципы сборки химических приборов.

I. ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

1. Перекристаллизация без удаления растворителя ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, K_2SO_4 , KNO_3 , $K_2Cr_2O_7$) и с удалением растворителя (KCl , $NaCl$) - *по одной соли на выбор преподавателя.*
2. Очистка иода методом сублимации.
3. Очистка воды от растворенных в ней солей методом перегонки (*один опыт на стол*).

II. РАСТВОРЫ

1. Пересыщенные растворы (*тиосульфат натрия*).
2. Выращивание кристаллов пентагидрата сульфата меди из пересыщенного раствора (*один опыт на подгруппу*).
3. Кристаллизация тригидрата ацетата натрия из пересыщенного раствора (*один опыт на подгруппу*).

4. Определение растворимости веществ в воде.
5. Сравнение силы кислот и оснований (*один опыт на подгруппу*).
6. Гидролиз солей.
7. Произведение растворимости.
8. Зависимость рН раствора уксусной кислоты от концентрации (*один опыт на подгруппу*).

ХИМИЯ ЭЛЕМЕНТОВ

III. ВОДОРОД

1. Проверка водорода на чистоту.
2. Получение водорода действием металла на кислоту.
3. Получение водорода действием алюминия на щелочь (*один опыт на подгруппу*).

IV. ГАЛОГЕНЫ

Получение и свойства галогенов

1. Реакции образования хлора.
2. Получение хлора действием соляной кислоты на перманганат калия (*один опыт на стол*).
2. Свойства хлора. Хлорная вода (*использовать хлор, полученный в предыдущем опыте*).
3. Свойства брома (*один опыт на подгруппу, использовать бром, полученный у лаборантов*).
4. Свойства иода (*использовать иод, полученный в ходе возгонки*).
5. Окисление галогенид-ионов (*один опыт на стол*).
6. Взаимодействие галогенидов калия с концентрированной серной и ортофосфорной кислотами (*один опыт на стол*).
7. Получение хлороводорода и его взаимодействие с водой (*один опыт на подгруппу*).
8. Получение и свойства иодоводорода.

9. Свойства хлората или бромата калия (*один опыт на подгруппу*).

Синтезы по теме «Галогены»:

1. Получение хлорида железа(III).
2. Получение и свойства хлората калия.
3. Получение дигидрата тетрахлороиодата(III) калия окислением иодида калия хлором в соляной кислоте.
4. Получение и свойства иодата калия.

V. КИСЛОРОД

1. Получение и свойства кислорода (*один опыт на подгруппу*).
2. Хемилюминесценция (синглетный кислород) (*один опыт на подгруппу*).
3. Свойства пероксида водорода (*использовать пероксид водорода, полученный у лаборантов*).

VI. СЕРА

1. Получение модификаций серы и исследование их свойств.
2. Сероводород (*один опыт на подгруппу*).
3. Сульфиды металлов и их свойства (*один опыт на подгруппу*).
4. Реакции образования оксида серы (IV).
5. Серная кислота и ее соли.
6. Получение и свойства тиосульфата натрия.

Синтезы по теме «Сера»:

1. Получение и свойства оксида серы (IV). Сжижение оксида серы (IV).
2. Получение серной кислоты нитрозным способом.

3. Получение смеси хлоридов серы и изучение их свойств.
4. Получение и свойства хлорида сульфурила.

VII. АЗОТ

1. Получение аммиака и растворение его в воде (*один опыт на подгруппу*).
2. Соли аммония (*один опыт на стол*).
3. Свойства гидразина и гидроксиламина.
4. Получение и свойства оксидов азота (NO и NO₂) (*один опыт на стол*).
5. Получение и свойства азотистой кислоты.
6. «Царская водка» (*один опыт на подгруппу*).
7. Термическая устойчивость нитратов.

Синтезы по теме «Азот»:

1. Получение и свойства оксида азота (III).
2. Получение жидкого N₂O₄.
3. Получение и свойства дымящей азотной кислоты.

VIII. ФОСФОР

1. Фосфорный ангидрид.
2. Получение и свойства метафосфорной кислоты и ее солей (*один опыт на стол*).
3. Получение и свойства пиррофосфорной кислоты и ее солей (*один опыт на стол*).
4. Получение (*способ на выбор преподавателя*) ортофосфорной кислоты и свойства ее солей (*один опыт на стол*).

Синтез по теме «Фосфор»:

1. Получение и свойства хлоридов фосфора.

IX. СУРЬМА, ВИСМУТ

Сурьма

1. Свойства сурьмы (*один опыт на подгруппу*).
2. Оксиды сурьмы (III) и (V) (*один опыт на стол*).
3. Сульфиды и тиосоли сурьмы(III) и (V) (*один опыт на подгруппу*).

Висмут

1. Получение и свойства висмута (*один опыт на подгруппу*).
2. Свойства соединений висмута(III).
3. Получение и свойства соединений висмута(V).

Синтезы по теме «Сурьма»:

1. Получение и свойства хлорида сурьмы(V).
2. Получение трииодида сурьмы.
3. Сурьмянистый водород (стибин).

X. УГЛЕРОД, КРЕМНИЙ

Углерод

1. Оксид углерода(IV) (*один опыт на подгруппу*).
2. Соли угольной кислоты.
3. Оксид углерода(II) (*один опыт на подгруппу*).

Кремний

1. Гидролиз соединений кремния.

Синтезы по теме «Кремний»:

1. Получение кристаллического кремния и его свойства.

2. Получение силицида магния и силанов.
3. Тетрахлорид кремния и его свойства.

XI. ОЛОВО, СВИНЕЦ

Олово

1. Получение и свойства олова (*один опыт на подгруппу*).
2. Соединения олова (*один опыт на стол*).

Свинец

1. Получение и свойства свинца (*один опыт на подгруппу*).
2. Оксиды и гидроксиды свинца (*один опыт на стол*).
3. Соли свинца и их свойства.

Синтезы по теме «Олово. Свинец»:

1. Получение крупнокристаллического олова.
2. Получение и свойства оксида олова(II).
3. Получение и свойства тетрахлорида олова.
4. Гексахлорооловянная кислота.
5. Гексахлороостаннат (IV) аммония.
6. Получение и свойства гексахлороплюмбата аммония.
7. Получение и свойства тетраиодида олова.

XII. БОР

1. Окрашенные перлы буры.
2. Эфиры борной кислоты.

Синтезы по теме «Бор»:

1. Получение и свойства борной кислоты.
2. Пероксоборат натрия.

ВВЕДЕНИЕ

МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ПРАКТИКУМЕ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

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

1. Общие положения

1. В практикуме можно находиться только в рабочем халате из хлопковой или хлопчатобумажной ткани. Халат должен быть подобран по размеру и обязательно застегнут. Волосы и детали одежды должны быть зафиксированы так, чтобы они не мешали работе.
2. Вся работа должна быть предварительно тщательно спланирована студентом и одобрена преподавателем. Любое действие, особенно выполняемое впервые, обязательно согласуется с преподавателем или лаборантом.
3. Каждый студент во время работы в практикуме находится на своем рабочем месте и соблюдает тишину и порядок.
4. Все опыты с токсичными, летучими и неприятно пахнущими веществами производить только под тягой. Надевайте очки (маски).
5. Опыты с горючими веществами (эфир, ацетон) и водородом необходимо проводить вдали от огня. Надевайте очки (маски).
6. При нагревании растворов в пробирке следует держать ее так, чтобы отверстие было направлено в сторону от себя и работающих соседей.
7. Запрещается наклонять лицо над нагреваемой жидкостью или спекаемыми веществами.
8. При работе с такими осушителями, как пентаоксид фосфора, твердая щелочь, обязательно надевайте очки и перчатки. Брать щелочь, пентаоксид фосфора разрешается только шпателем или щипцами.
9. При разбавлении водой концентрированной серной кислоты, а также других кислот, необходимо вливать кислоту в воду, а не наоборот. Обязательно надевать очки.
10. Опасные реагенты (хлор, бром, перманганат калия) необходимо сливать в специальные банки в вытяжном шкафу или нейтрализовывать.
11. Категорически запрещается работать с веществами без этикеток.
12. Категорически запрещается принимать пищу и напитки в практикуме.

2. 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 пипетки или 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.

3. 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 синевато-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.

4. 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.**

5. 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 легко разлагающимися жидкостями и с теми твердыми веществами, которые при нагревании могут воспламениться или разложиться.**

6. 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 газами и парами (хлор, сероводород, аммиак) пострадавшего немедленно вывести на свежий воздух и обеспечить ему покой.

ЛАБОРАТОРНЫЙ ЖУРНАЛ И ПРАВИЛА ЕГО ОФОРМЛЕНИЯ

При работе в практикуме необходимо вести лабораторный журнал, в котором фиксируют все операции и наблюдения при выполнении опытов и синтезов. Использование черновиков не допускается. Для лабораторного журнала лучше всего использовать тетрадь в клетку формата А4. Все записи в журнале проводите аккуратно и лаконично. Особое внимание следует уделить описанию наблюдаемых явлений, таких как изменение окраски, выделение газов или выпадение осадков. Кристаллические вещества рекомендуется рассмотреть под микроскопом и отметить (зарисовать) их форму.

Лабораторный журнал должен содержать два основных раздела.

Первый раздел заполняется дома и отражает подготовленность студента к занятиям. В этот раздел входят:

- а) схемы всех приборов;
- б) уравнения всех химических реакций;
- в) расчеты исходных количеств веществ и теоретического выхода;
- г) физико-химических свойства исходных и синтезируемых веществ (строение, агрегатное состояние, цвет, температура плавления и/или кипения, плотность, растворимость и др.);
- д) план работы, представляющий собой перечень последовательных операций (для синтезов - план синтеза по стадиям) с указанием условий и количеств реагирующих веществ.

Второй раздел является отчетом о проделанной работе и должен содержать следующие сведения:

- а) результаты взвешивания и измерения объема полученного вещества;
- б) реальные режимы синтеза (температура, время, скорость смешения (прибавления) реагентов, скорость пропускания газа и т.д.);
- в) наблюдаемые изменения при проведении опыта или синтеза (изменение окраски, выделение бесцветного или окрашенного газа, кипение, возгонка, выпадение или растворение осадка с указанием его цвета);
- г) результаты идентификации получаемых веществ: характерная окраска, форма кристаллов, характерные химические реакции, температуры кипения и/или плавления и др. свойства;
- д) расчет практического выхода в процентах (для синтезов);

- е) краткие выводы и объяснение наблюдаемых явлений;
- ж) ответы на вопросы, содержащиеся в методике.

Пункты а) – г) второго раздела заполняются непосредственно в процессе выполнения задания в практикуме. Пункты д) – ж) заполняются после завершения выполнения экспериментальной задачи.

ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА

При выполнении опытов и синтезов в практикуме используется стеклянная и фарфоровая химическая посуда различного назначения, сведения о которой представлены ниже.

1. Стеклянная химическая посуда

Пробирки химические используются обычно для проведения качественных реакций. Пробирки размещают в специальном штативе.

Стаканы химические используются для приготовления растворов и проведения химических реакций как при комнатной температуре, так и при нагревании.

Колбы плоскодонные используются для приготовления и хранения растворов.

Колбы конические используется как правило в аналитической практике.

Колбы круглодонные обычно используются при проведении синтезов. Различают колбы с коротким и длинным горлом, одно-, дву-, трехгорлые и т.д.

Колбы Кляйзена используется в качестве перегонной колбы и приемника при перегонке жидкостей.

Колбы Вюрца – круглодонные колбы с боковым отводом. Используются в качестве перегонной (с изогнутым отводом) или реакционной колбы (с прямым коротким отводом).

Пробирки Вюрца – пробирки с боковым отводом, используется для микроперегонки (с изогнутым отводом) и в качестве реактора в микросинтезе (с прямым коротким отводом).

Реторты используются при прокаливании веществ с одновременной отгонкой продуктов их разложения.

Переходники и тройники служат для соединения между собой резиновых шлангов.

Бюксы применяются при взвешивании агрессивных веществ и хранения небольших количеств реагентов.

Часовые стекла универсальны. Ими накрывают химические стаканы при проведении синтезов, на них высыпают полученное при синтезе вещество, используют в качестве тары при взвешивании небольших количеств неагрессивных веществ.

Чашка Петри может быть использована для высушивания на воздухе или в эксикаторе веществ и фильтров с осадками.

Воронки химические предназначены для переливания жидкостей.

Воронки с широким горлом используются для загрузки сыпучих веществ.

Капельные воронки используются для дозируемой, по каплям, подачи реагентов в реакционную смесь. Для выравнивания давлений в реакционной колбе и в капельной воронке пространство над краном воронки соединяется трубкой с пространством под краном. Воронка в этом случае закрывается сверху пробкой.

Холодильник Либиха с прямой внутренней трубкой в зависимости от расположения в приборе может выполнять функции как прямого или прямоточного (пар поступает с одной стороны холодильника, а жидкость вытекает с другой), так и обратного холодильника (жидкость стекает обратно в колбу).

Шариковый водяной холодильник используется только в качестве обратного холодильника.

Дефлегматоры используются в качестве насадки при фракционной перегонке жидкостей.

Приборы для перегонки - комбинированные приборы, объединяющие в одно целое перегонную колбу (обычно колбу Кляйзена), дефлегматор и холодильник.

Аллонж – переход между холодильником и приемником. К аллонжу присоединяется хлоркальциевая трубка, при перегонке в вакууме - водоструйный насос.

"Паук" – переходник с несколькими выходами между холодильником и приемниками для одновременного присоединения нескольких приемников и последовательного их использования.

Хлоркальциевые трубки служат для изоляции реакционной смеси от воздействия атмосферной влаги и углекислого газа, заполняются твердым поглотителем, как и осушительные колонки.

Осушительные колонки и U-образные трубки предназначены для осушки газов и очистке от примесей с помощью твердого реагента.

Промывалки (промывалки Мюнке) – склянки для очистки газов от примесей с жидким поглотителем. Для заполнения промывалок служит тонкая воронка (воронка Мюнке).

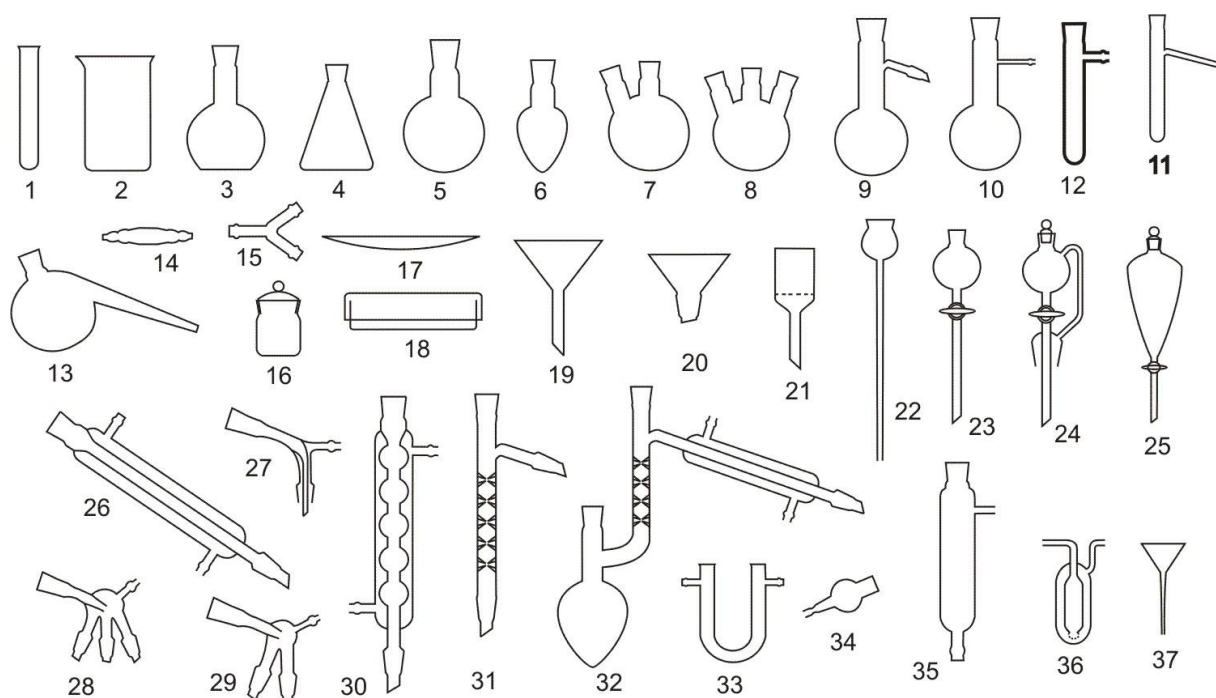


Рис. 1. Стекло́нная химическая посуда.

1 – Пробирка. 2 – Стакан химический. 3 – Колба плоскодонная. 4 – Колба коническая (Эрленмейера). 5 – Колба круглодонная. 6 – Колба Кляйзена. 7 – Колба двугорлая. 8 – Колба трехгорлая. 9 – Колба Вб́рца для перегонки. 10 – Колба Вюрца. 11, 12 – Пробирки Вюрца, 13 – Реторта, 14 – Переходник. 15 – Тройник. 16 – Бюкс. 17 – Часовое стекло. 18 – Чашка Петри. 19 – Воронка химическая. 20 – Воронка для сыпучих веществ. 21 – Воронка со стеклянным фильтрующим дном. 22 – Воронка длинная. 23, 24 – Капельные воронки. 25 – Воронка делительная. 26 – Холодильник Либиха. 27 – Аллонж. 28, 29 – "Пауки". 30 – Холодильник шариковый. 31 – Дефлегматор. 32 – Прибор для перегонки. 33 – U-образная трубка. 34 – Хлоркальциевая трубка. 35 – Колонка осушительная. 36 – Промывалка Мюнке. 37 – Воронка Мюнке.

2. Стекланные лабораторные приборы.

Аппараты Киппа применяются для получения устойчивого тока газа в течение длительного времени.

Эксикаторы используются для высушивания веществ при комнатной температуре с использованием различных осушительных средств.

Кристаллизаторы необходимы для охлаждения растворов и при сборе газов под водой.

Колбы Бунзена используются при фильтровании под пониженным давлением в качестве приемной колбы для фильтрата.

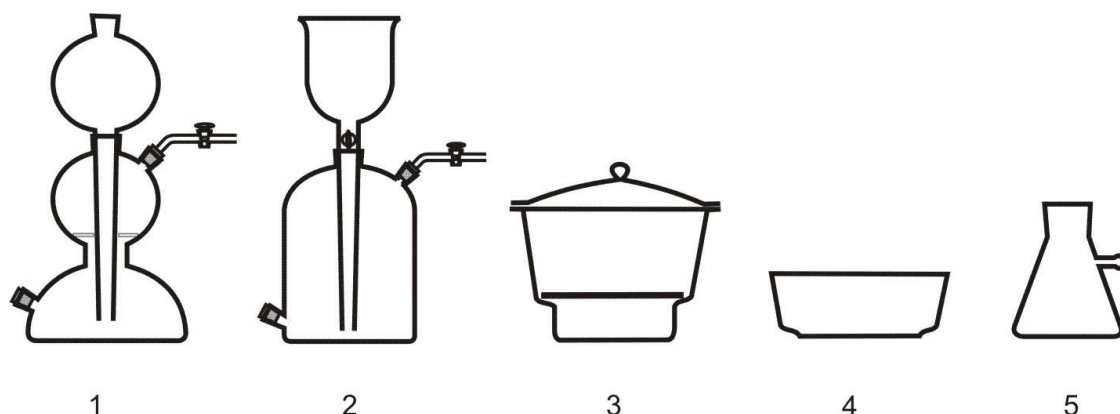


Рис. 2. Стекланные лабораторные приборы.

1 – Аппарат Киппа. 2 – Газометр. 3 – Эксикатор. 4 – Кристаллизатор. 5 – Колба Бунзена.

3. Фарфоровая химическая посуда

Кружки и стаканы применяются для приготовления и хранения моющих и чистящих смесей и т.д.

Ступки служат для перетирания веществ.

Тигли выдерживают нагрев открытым пламенем газовой горелки.

Треугольники необходимы для крепления тиглей на кольце штатива.

Лодочки используются при проведении синтезов в электрических печах и могут быть нагреты до 800-900°C.

Чашки для упаривания служат для упаривания растворов. Нагревать чашки на открытом пламени не рекомендуется.

Воронки Бюхнера используются при фильтровании под пониженным давлением.

Шпателем или ложечкой берут реактивы.

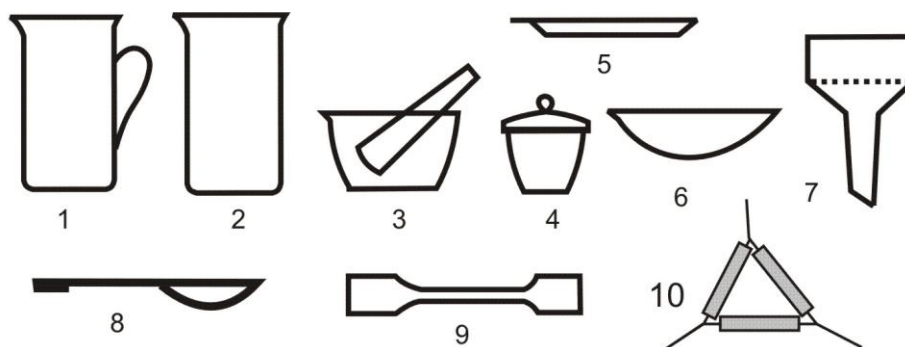


Рис. 3. Фарфоровая химическая посуда.

1 – Кружка. 2 – Стакан. 3 – Ступка с пестиком. 4 – Тигель с крышкой. 5 – Лодочка. 6 – Чашка для упаривания. 7 – Воронка Бюхнера. 8 – Фарфоровая ложка. 9 – Шпатель. 10 – Треугольник.

ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ

В лаборатории используются твердые и жидкие реактивы. Химические реактивы выпускаются и хранятся в стеклянных или пластмассовых банках с плотно закрывающимися крышками.

В практикуме реактивы, помещенные в маленькие склянки емкостью 100-150 мл, располагаются на полках над лабораторными столами. Концентрированные и сильно пахнущие растворы кислот, оснований и других реagensов находятся в вытяжном шкафу в бутылках.

Правила работы с химическими реактивами

1. Отбор твердых химических реактивов из банок производят шпателями, фарфоровыми ложечками или пинцетом.
2. Для измельчения и смешения химических реактивов используют ступки. Совместное перетирание веществ позволяет получать достаточно тонкие смеси реагентов. В фарфоровых ступках измельчают сравнительно мягкие вещества. Для перетирания очень твердых веществ используют агатовые или чугунные ступки.
3. Для загрузки твердых веществ в реакционные колбы применяют специальные воронки с широким горлом.
4. Жидкости переливают через химические воронки. Склянку, из которой наливают жидкость, держат этикеткой к руке во избежание ее загрязнения и порчи.
5. Крышки и пробки от банок с реактивами во время работы с ними кладут на стол в перевернутом виде.
6. Неизрасходованные реактивы ни в коем случае не высыпают (не выливают) обратно в банки, их надо сдавать лаборантам.

ОБОРУДОВАНИЕ

1. Электрические печи

Для нагревания или прокаливания при высокой температуре пользуются электрическими печами: трубчатой, тигельной или шахтной и муфельной с терморегуляторами (измерителями температуры).

Трубчатые печи применяют для проведения реакций в токе газов. Вещества в фарфоровой, кварцевой или металлической лодочке вносят в кварцевую или фарфоровую трубку, помещенную в печь.

Тигельные (шахтные) печи используются для прокаливания небольшого количества вещества в тиглях.

Муфельные печи необходимы для прокаливания больших количеств веществ.

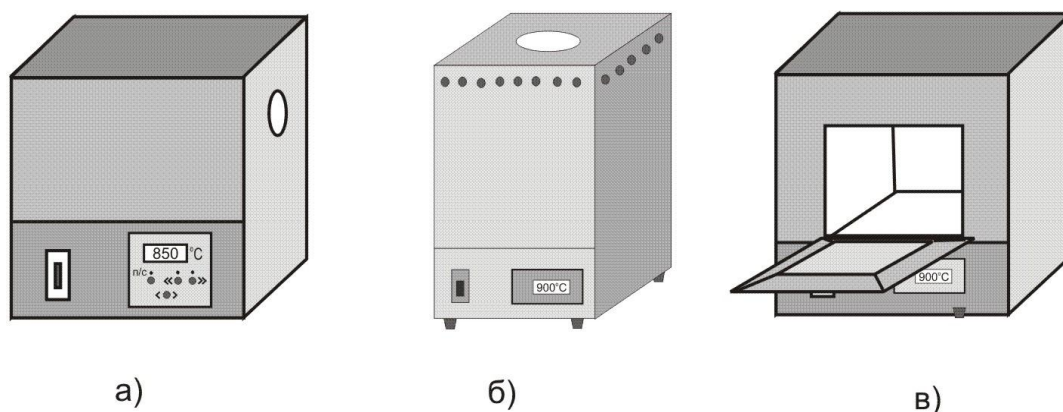


Рис. 4. Печи электрические с терморегуляторами – измерителями температуры.

а) трубчатая печь, б) тигельная (шахтная) печь, в) муфельная печь

2. Газовые баллоны

Газ в баллонах находится под высоким давлением (до 150 *атм*) в сжатом или сжиженном состоянии, поэтому **баллоны являются источником повышенной опасности и их нельзя подвергать тепловому воздействию или удару. Баллоны должны быть надежно закреплены и находиться на достаточном удалении от источников тепла.**

Студентам не разрешается самостоятельно открывать и перемещать газовые баллоны.

Для снижения давления газа на выходе из баллона устанавливают газовый редуктор 3.

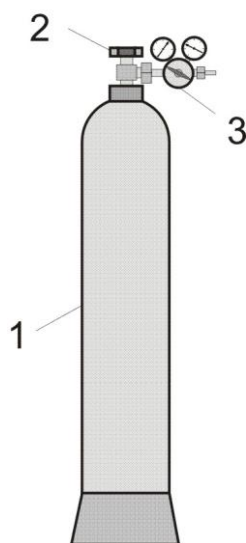


Рис. 5. Газовый баллон

1 – баллон, 2 – вентиль, 3 – редуктор.

ОСНОВНЫЕ ПРИЕМЫ ПРОВЕДЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

1. Взвешивание

В практикуме в основном используются весы с точностью взвешивания 0,1 - 0,01 г и пределом взвешивания 200 - 300 г. Такой точности достаточно при проведении большинства опытов и синтезов. Для более точных взвешиваний, например, при проведении химического анализа, необходимо использовать аналитические весы с точностью взвешивания $\pm 0,0002$ г.

Взвешивание на весах всегда проводят с использованием тары. Химические вещества никогда не помещают прямо на чашку весов. В качестве тары используют стаканчики для взвешивания или бюксы. Допускается взвешивание на часовом стекле. Для взятия небольших навесок неагрессивных веществ можно использовать кальку. Агрессивные вещества взвешивают только в закрытых бюксах. Ампулы, пробирки и приемники с полученным веществом взвешивают в стеклянном стакане.

При взвешивании не насыпают вещество в тару над весами, так как вещество может попасть на весы и загрязнить их. В этом случае необходимо тотчас же выключить весы и протереть их и лишь затем повторить взвешивание.



Рис. 6. Взвешивание химических веществ.

а, б, в – правильно; г, д, е - неправильно

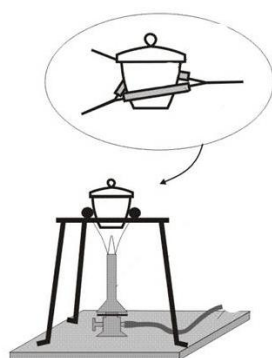
2. Приготовление растворов

Для растворов, используемых при проведении синтезов и опытов, обычно не требуется очень высокая точность их приготовления. Для приготовления раствора навеску вещества растворяют в рассчитанном количестве жидкости в химическом стакане или плоскодонной колбе при перемешивании стеклянной палочкой. Для ускорения растворения стакан с раствором можно подогреть газовой горелкой через асбестовую сетку. Растворитель не взвешивают, его массу рассчитывают по его объему и плотности. Для измерения объема растворителя, в зависимости от его количества, используют мерный цилиндр или мерную пипетку.

3. Нагревание

Нагревание пробирок. При нагревании пробирок с небольшими количествами растворов закрепите ее в держателе или лапке штатива в слегка наклоненном положении (**отверстие пробирки должно быть направлено от себя и от соседей!**). Осторожно, небольшим пламенем горелки прогрейте всю пробирку (**держатель не грейте!**), затем доведите до кипения верхний слой жидкости и, опуская пламя, доведите до кипения все содержимое пробирки.

Нагревание колб. Нагревание растворов в химических стаканах и колбах проводят с помощью газовой горелки на треногах через асбестовую сетку. В случае нагревания круглодонных колб асбестовую сетку установите так, чтобы между ней и нагреваемой колбой был промежуток около 1-3 мм. **Нагревать колбы голым пламенем горелки опасно!**



Нагревание тиглей. В зависимости от температуры используют различные способы нагревания тиглей. Для прокаливания веществ в тигле без контроля температуры обычно используют газовую горелку. Обычно тигли помещают в фарфоровый треугольник, установленный на треноге. Для прокаливания тиглей с контролем температуры используют тигельные печи.

Рис. 7. Нагревание тиглей газовой горелкой

Нагревание реакционных трубок. Горизонтальные реакционные трубки нагревают с помощью трубчатых электрических печей или газовой

горелки. Для разогрева трубки по длине в последнем случае используют насадку для горелки «ласточкин хвост». Для повышения температуры в реакционной трубке при нагревании газовой горелкой поверх трубки устанавливают экран из жаростойкого материала, например керамическую пластину или лист асбеста, изогнутый «домиком».

4. Охлаждение

Для охлаждения реакционного сосуда его погружают в баню (кристаллизатор) или химический стакан с холодной водой, льдом (снегом) или охлаждающей смесью (лед с водой и твердым хлоридом натрия). Присутствие воды в смеси необходимо для более эффективного охлаждения реакционного сосуда, так как воздух является плохим проводником тепла.

Для измельчения льда заверните кусок льда в полотенце или поместите в холщовый мешок и разбейте молотком на мелкие куски. Измельченный лед вносят в кристаллизатор (стакан) и добавляют воду. Вместо льда можно использовать снег.

Охлаждающую смесь льда с солью готовят следующим образом. Мелко раздробленный лед помещают в большую фарфоровую ступку и дополнительно измельчают пестиком. Затем добавляют твердую соль. Воду обычно не доливают, она образуется сама в результате таяния льда. Использовать снег для приготовления охлаждающих смесей с солью не рекомендуется, так как он слишком рыхлый.

5. Отделение осадков

Декантация. Декантация – это сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Отделение осадков и их промывание при помощи декантации заключается в том, что осадок, подлежащий промыванию, заливают дистиллированной водой, иногда горячей, или специально приготовленной промывной жидкостью, взбалтывают при помощи стеклянной палочки, затем дают отстояться. Просветлевшую жидкость, собравшуюся над осадком, сливают таким образом, чтобы осадок оставался в колбе или стакане.

Фильтрация через гладкий фильтр. Гладкий фильтр готовят из круглого фильтра, соответствующего размеру воронки или вырезают из квадратного листа фильтровальной бумаги. Для этого фильтровальную бумагу сгибают пополам и еще раз пополам и обрезают по дуге по размеру

воронки. Полученный конус вставляют в воронку и смачивают дистиллированной водой. Фильтр всей своей поверхностью должен плотно, без пузырьков воздуха, прилегать к стенкам воронки. Край фильтра должен быть ниже края воронки примерно на 0,5 см.

Воронку с фильтром помещают в кольцо штатива так, чтобы нижний конец ее соприкасался со стенкой стакана, в который фильтруют раствор. Фильтруемый раствор с взмученным осадком переносят на фильтр по стеклянной палочке.

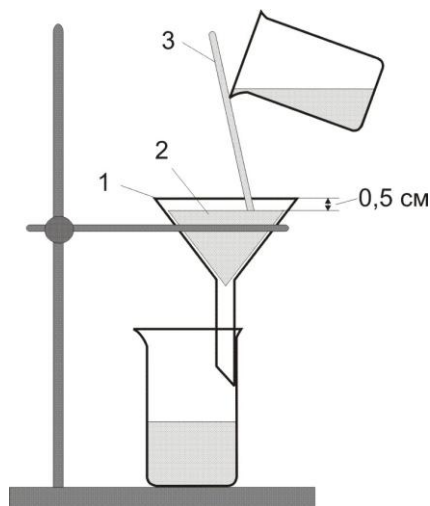


Рис. 8. Фильтрация через гладкий фильтр.

1 – стеклянная воронка, 2 – бумажный фильтр, 3 – стеклянная палочка.

Фильтрация через складчатый фильтр. Складчатый фильтр используют для ускорения фильтрации, особенно при проведении горячего фильтрования, когда недопустимо охлаждение фильтруемого раствора. Складчатый фильтр можно изготовить из гладкого. Рекомендуемый размер складок по краю фильтра около 5-8 мм. Горячее фильтрование проводят через стеклянную воронку с коротко обрезанной трубкой, помещенной в прибор с электрическим или водяным обогревом. Воду в приборе подогревают газовой горелкой через отросток.

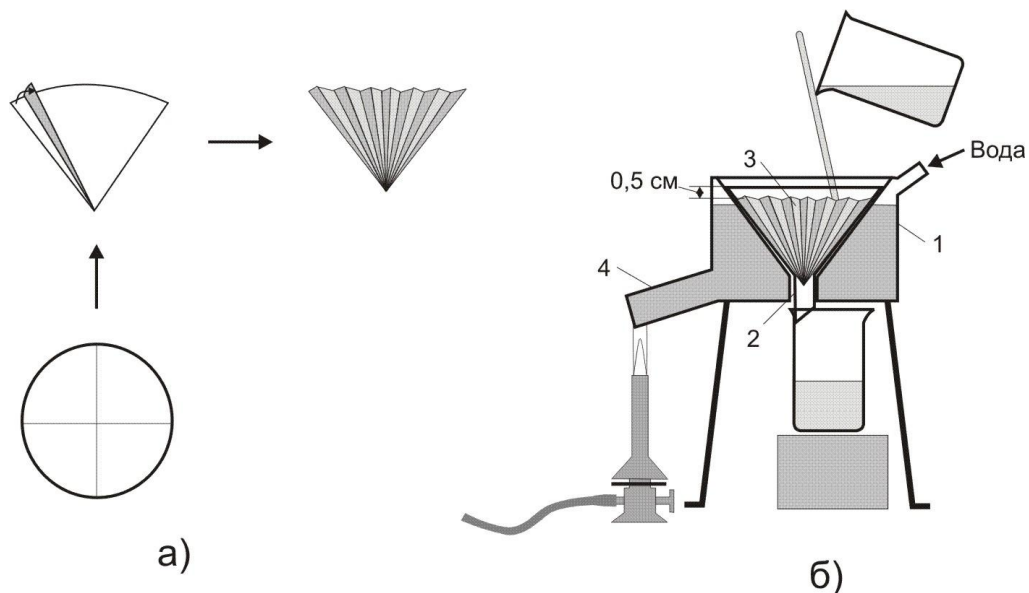


Рис. 9. Горячее фильтрование через складчатый фильтр.

а) схема изготовления складчатого фильтра, б) фильтрование на воронке с водяным обогревом.

1 – водяной обогреватель, 2 – воронка, 3 – складчатый фильтр, 4 – отросток для нагревания воды.

Фильтрование под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера. В качестве приемника фильтрата обычно применяют толстостенную колбу Бунзена. Для создания разрежения можно используют водоструйный насос. **Фильтрование под пониженным давлением всегда проводят в защитной маске или защитных очках. При проведении фильтрования не наклоняйтесь над колбой Бунзена, находящейся под вакуумом.**

Для проведения фильтрования поместите на дно воронки Бюхнера два бумажных фильтра: нижний по размеру дна воронки, а диаметр верхнего должен быть на 0,5 см больше диаметра дна воронки. Верхний фильтр обычно делают с «ушками», чтобы его легче было извлечь по окончании фильтрования.

Чтобы изготовить такие фильтры, возьмите кружок или лист фильтровальной бумаги, положите его на воронку и слегка надавите сверху ладонью. Меньший фильтр вырежьте чуть меньше контура с учетом конусности фильтровальной воронки, а больший фильтр вырежьте немного больше контура.

Меньший фильтр поместите на дно воронки, смочите небольшим количеством дистиллированной воды и плотно прижмите стеклянной палочкой ко дну воронки. Сверху положите второй фильтр, смочите водой, а края расправьте по стенкам воронки. Включите насос, чтобы фильтры плотно «присосались» ко дну и стенкам воронки. Для проверки работы насоса и

герметичности прибора налейте на фильтр небольшое количество воды. Если вода, не задерживаясь, быстро проходит через фильтр, то можно приступить к фильтрованию.

Фильтрование проводите следующим образом. Перенесите на воронку Бюхнера по стеклянной палочке раствор с взмученным осадком таким образом, чтобы осадок равномерно распределился по всей поверхности фильтра. Фильтрование считается законченным, если на конце воронки не появляются новые капли раствора, а осадок на фильтре перестает прилипать к стеклянной палочке.

При включении и выключении водоструйного насоса при проведении фильтрования рекомендуется соблюдать следующий порядок действий.

а) включение насоса: откройте кран водоструйного насоса при открытом кране на воздух, а затем медленно закройте кран 3, следя за изменением вакуума;

б) выключение насоса: вначале запустите воздух в колбу Бунзена через кран 4 и лишь затем закройте кран водоструйного насоса. **При нарушении порядка выключения насоса возможен переброс воды из водоструйного насоса в находящуюся под вакуумом колбу Бунзена и ее заполнение.**

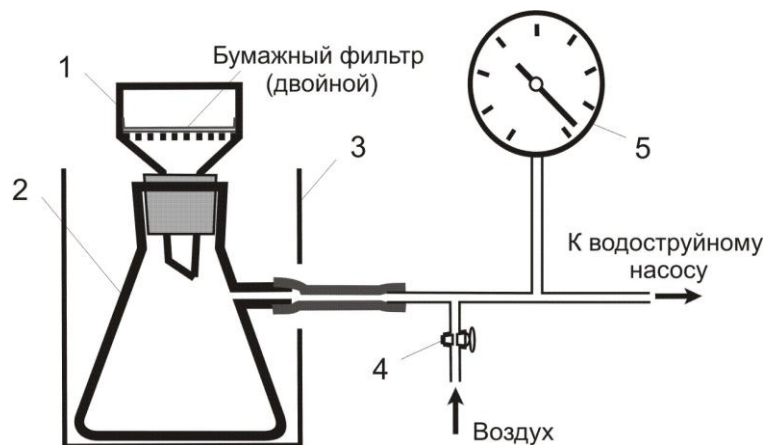


Рис. 10. Фильтрование под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера.

1 – воронка Бюхнера, 2 – колба Бунзена, 3 – защитный кожух, 4 – кран «на воздух»

6. Высушивание твердых веществ

После отделения твердого веществ от раствора следует стадия высушивания.

Высушивание в сушильном шкафу. Вещества, устойчивые на воздухе и не разлагающиеся при нагревании, лучше всего сушить в сушильном шкафу при температуре 60 - 80°C до постоянной массы, которая определяется путем периодического взвешивания охлажденного продукта. Сухое вещество не должно прилипать к стеклянной палочке и стенкам сосуда, а его масса должна оставаться неизменной при дальнейшем выдерживании в сушильном шкафу.

Высушивание на воздухе. Этим способом высушивают кристаллогидраты и другие вещества, не выдерживающие нагревания. Высушивание вещества на воздухе обычно проводят на часовом стекле или в чашке Петри.

Высушивание в эксикаторе используют для сушки чувствительных к влаге воздуха веществ и проводят над водоотнимающим реагентом.

7. Мытье посуды

Мытье использованной в ходе эксперимента посуды и рабочего инвентаря – обязательная неотъемлемая составляющая работы каждого студента в лаборатории. Сначала посуду промывают водопроводной водой, если загрязнения не смываются, то загрязненные места посыпают содой и протирают ершиком. Для отмывания от загрязнений соединениями марганца (перманганат калия, оксид марганца) используют кристаллическую щавелевую кислоту. Не рекомендуется применять абразивные материалы, так как они царапают и разрушают стекло.

Для очистки посуды от следов жиров и других органических веществ можно использовать хромовую смесь. После промывания посуды хромовую смесь сливают обратно в склянку (**но не в раковину!**). **Приготовление хромовой смеси производится только лаборантом! Работа с хромовой смесью производится в защитных очках и перчатках.**

После промывания с использованием химических реагентов посуду тщательно моют водопроводной водой. С хорошо вымытой посуды вода должна стекать ровным слоем без образования капель.

Чистую посуду сушат в сушильном шкафу или на воздухе (в перевернутом виде на деревянной или пластмассовой сушилке). Мерную посуду сушат только на воздухе без нагревания.

ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ СБОРКИ ХИМИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ

1. Общие принципы сборки

Перед тем, как приступить к сборке приборов продумайте и нарисуйте его схему, обратив особое внимание на меры безопасности. Также определитесь с местом сборки прибора – на лабораторном столе или в вытяжном шкафу.

При сборке прибора руководствуйтесь следующими **основными правилами**.

- а) Прибор должен занимать минимум места на рабочем столе или в вытяжном шкафу. Не стремитесь выстроить прибор в одну линию, возможны и другие варианты монтажа кроме линейного, например, зигзагообразный, кольцевой, винтовой и т.д.
- б) Конструкция прибора должна обеспечивать быстрый доступ ко всем основным элементам прибора и безопасное выполнение всех основных операций, предусмотренных методикой работы.
- в) Свободный внутренний объем прибора должен быть минимальным. Размер посуды выбирайте в соответствии с количеством взятых реагентов и объемом выделяющихся в реакции газов.
- г) Резиновые соединительные трубки должны быть минимальной длины, так как резина взаимодействует с используемыми в синтезе агрессивными газами и парами (хлор, пары брома, оксиды азота и др.). Если нельзя обойтись без длинного соединения, то вместо шлангов используйте стеклянные трубки.
- д) Соединительные трубки должны плотно облегать соединяемые детали, что возможно при использовании трубок несколько меньшего внутреннего диаметра по сравнению с наружным диаметром соединяемых деталей. Не допускается соединять резиновые трубки одна в другую (без переходника).

2. Основные меры безопасности

При сборке даже простейшего прибора следует уделить особое внимание его безопасности в работе. Давление газа в приборе не должно превышать атмосферное более чем на 10-20 мм *рт.ст.* Газообразные продукты могут выделяться при проведении многих химических реакций и

даже нагревание закрытой колбы ведет к повышению давления воздуха в ней.

Для того чтобы в приборе не создавалось повышенное давление газа и не происходил обратный переброс реагентов при изменении тока газа соблюдайте следующие особые меры предосторожности:

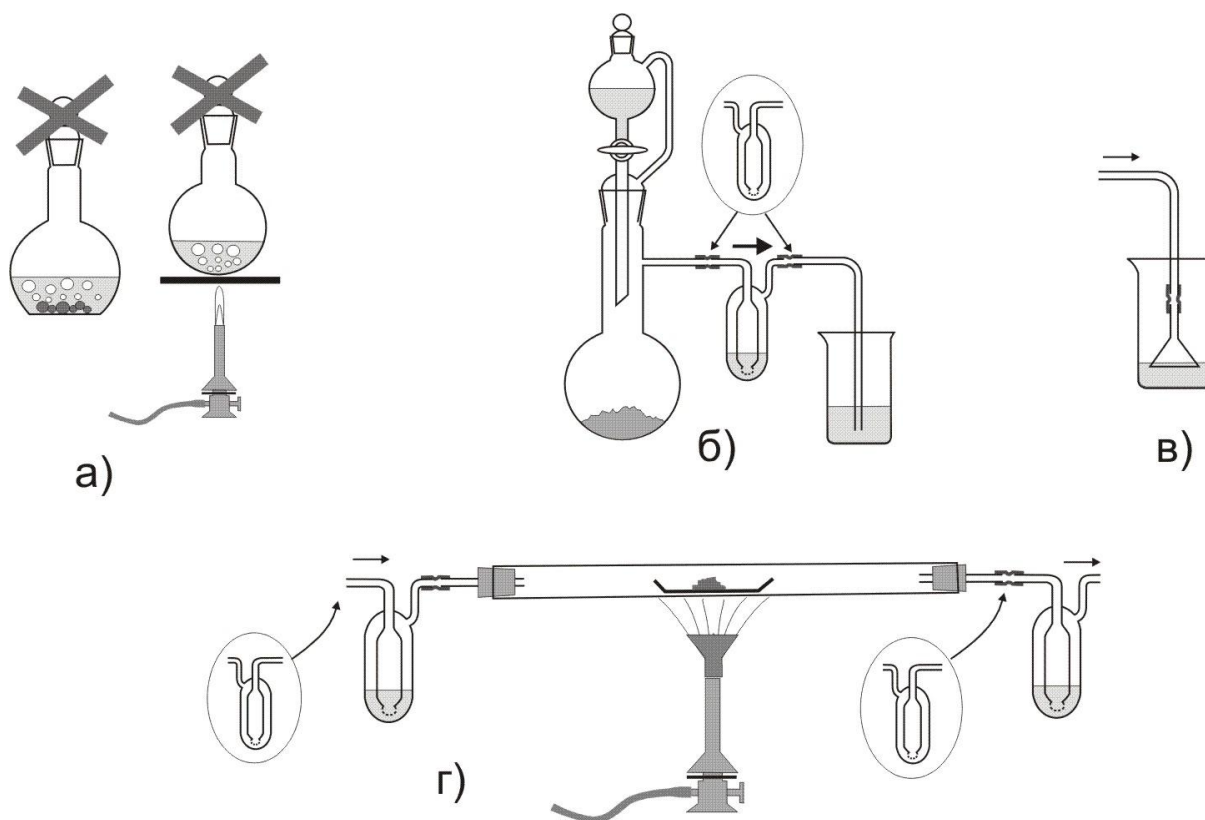


Рис. 11. Основные принципы сборки безопасных приборов.

1. Не проводите реакции в замкнутом объеме (закрытая пробкой пробирка, колба и т.д.) и не нагревайте закрытые сосуды. Всегда должно быть предусмотрено **свободное сообщение с атмосферой**.
2. Для того, чтобы содержимое промывалки не попало в реакционный сосуд при изменении направления тока газа (особенно часто это происходит при охлаждении нагретой колбы Вюрца), между ними нужно поставить обратным ходом дополнительную пустую предохранительную промывалку. **Предохранительную промывалку всегда ставят между колбой Вюрца и промывалкой с серной кислотой при получении хлора действием соляной кислоты на перманганат калия (так как взаимодействие перманганата калия с серной кислотой приводит к взрыву)**. Рекомендуется ставить предохранительную промывалку между промывалками с водой и концентрированной серной кислотой.
3. Чтобы реакционную смесь, через которую пропускают газ, не затянуло обратно и чтобы исключить закупоривание прибора, к выходу

газоподводящей трубки можно присоединить перевернутую химическую воронку.

4. Для контроля за током газа, ходом реакции и герметичностью прибора при проведении синтеза устанавливаются промывалки - счетчики пузырьков на входе и выходе прибора.
5. При работе со стеклянными трубками и посудой избегают излишних усилий. Надевание соединительных трубок на стеклянные детали должно производиться таким образом, чтобы исключить ранение руки при возможном сломе или отскоке стеклянных изделий. Если диаметр соединительной трубки чуть меньше, чем диаметр соединяемых деталей, то для облегчения работы детали можно смазать вязкой жидкостью (глицерин или вазелиновое масло). **Внимание! Запрещается использовать глицерин при сборке приборов для синтезов с участием азотной кислоты и оксидов азота.**

3. Подготовительные процедуры

Заполнение промывалок. В практикуме используют неразборную промывалку (промывалка Мюнке), изображенную на рис. 12. Промывалка Мюнке состоит из корпуса 1, внутрь которого впаяна трубка 2 с расширением. В нижней части трубки 2 имеются маленькие отверстия 3 для барботирования газа через жидкость. Промывалку заполняете промывной жидкостью на ~5 мм выше выходных отверстий с помощью тонкой воронки Мюнке. Такое количество жидкости обеспечивает достаточную эффективность очистки, не создает излишнего гидравлического сопротивления току газа. Для безопасного выполнения эксперимента объем жидкости выше отверстий 3 не должен превышать 1/2 - 1/3 объема внутренней трубки 2. В этом случае при изменении направления тока газа промывная жидкость останется внутри промывалки и не будет переброшена обратно в прибор.

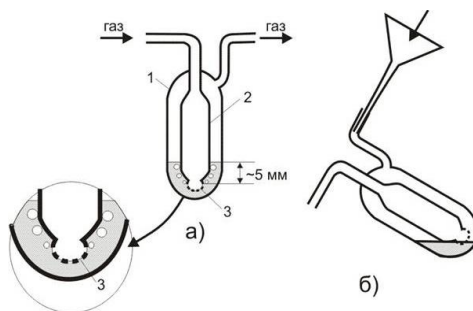


Рис. 12. Промывалка Мюнке (а) и ее заполнение (б).

1 – корпус промывалки, 2 – трубка с расширением, 3 – отверстия.

Заполнение колонок и U – образных трубок. Заполнение колонок **гранулированными веществами** (хлорид кальция, твердые гидроксиды натрия или калия, силикагель, цеолиты и др.) проводят следующим образом: на дно колонки помещают слой стеклянной или каолиновой ваты, затем примерно на 3/4 высоты колонки слой реагента, а затем опять слой стекловаты. Стекловата препятствует высыпанию реагента (поглотителя) из колонки и его распылению в токе газа. Сверху колонку закрывают пробкой. Аналогично заполняют U-образные трубки. Для хранения, даже кратковременного, отводы колонок и U-образных трубок замыкают коротким отрезком шланга.

Заполнение колонок **порошкообразными реагентами** (оксид фосфора) производят несколько иначе. Реагент помещают в колонку на носителе – стеклянной или каолиновой вате. Для этого в большую фарфоровую чашку положите необходимое количество стекловаты, добавьте порошок и быстро смешайте. Порошок должен остаться на волокнах стекловаты. Затем стекловату с помощью пинцета также быстро внесите в колонку или U-образную трубку и закройте пробками.

Проверка капельных воронок. Перед тем, как заливать жидкость в капельную воронку, **необходимо проверить ее работоспособность и возможность регулировки скорости капания жидкости.** Для этого в капельную воронку помещают немного воды и приоткрывают кран, добиваясь нужной скорости капания. Если это возможно, капельную воронку можно использовать при сборке прибора, если нет – необходимо обратиться к преподавателю или лаборанту.

4. Монтаж прибора

При непосредственном монтаже прибора придерживаются следующих правил:

1. Все стеклянные части прибора должны быть надежно и неподвижно закреплены в лапках, прикрученных к штативам. Не допускается наличие неплотно закрепленных, свободно свисающих, «гуляющих» или болтающихся частей прибора.
2. Прибор должен быть собран таким образом, чтобы исключить любое внутреннее напряжение в его составных частях или нестабильное расположение его отдельных частей. Для подъема элементов прибора на необходимую высоту можно использовать не только треноги, но и специальные подставки с регулируемой высотой.

3. Трубки и другие соединительные элементы должны располагаться таким образом, чтобы не мешать выполнению основных операций, предусмотренных методикой работы.
4. Прибор должен быть собран вдали от края лабораторного стола или вытяжного шкафа.

5. Проверка герметичности прибора

Общий осмотр. При проведении общего осмотра внимательно осмотрите прибор и обратите внимание на следующие моменты:

- а) пробки должны плотно прилегать к стеклу, образуя хорошо видимое так называемое неразрывное «кольцо прилегания»;
- б) соединительные трубки, растягиваясь, должны плотно облегать соединяемые детали.

Специальные процедуры. В случае приборов, содержащих определенные конструкционные элементы, проверка герметичности может быть проведена при помощи следующих специальных процедур.

1) Для проверки герметичности реакционной колбы с присоединенными к ней промывалками слегка подогрейте ее ладонью, при этом за счет термического расширения воздуха в колбе должен измениться уровень жидкости в промывалках или даже проскочить несколько пузырьков.

2) О герметичности реактора можно судить по одинаковой скорости пробулькивания газа через промывалку на входе и выходе реактора.

3) Если закрыть выход прибора, присоединенного к колбе Вюрца с длинной воронкой, то в герметичном приборе уровень жидкости в воронке должен подняться.

Внимание! После окончания сборки прибора и проверки его герметичности необходимо обратиться к преподавателю и получить его разрешение на проведение эксперимента с использованием собранного Вами прибора. Категорически запрещается самовольное начало эксперимента без одобрения преподавателя!

I. ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

1. Очистка растворимых солей методом перекристаллизации

Перед началом работы постройте график зависимости растворимости каждой из очищаемых солей от температуры с использованием данных, приведенных в табл. 2 Приложения основной книги практикума, и выберите одну из предложенных ниже методик перекристаллизации.

Рассчитайте количество соли, которое может раствориться в 40 мл дистиллированной воды с образованием насыщенного при 60°C раствора. Взвесьте рассчитанное количество соли на весах. Налейте в химический стакан отмеренное цилиндром количество дистиллированной воды. Стакан поставьте на треногу. Поместите в воду навеску соли и нагрейте раствор почти до кипения при перемешивании стеклянной палочкой.

Полученный горячий раствор профильтруйте через складчатый фильтр, используя воронку для горячего фильтрования. В дальнейшем перекристаллизацию соли из полученного фильтрата проводите одним из двух нижеприведенных методов.

а) Перекристаллизация без удаления растворителя.

Для солей, растворимость которых сильно зависит от температуры, раствор после горячего фильтрования охладите сначала на воздухе, а затем в бане со льдом при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой. Температуру, до которой был охлажден раствор для кристаллизации, запишите в рабочий журнал.

б) Перекристаллизация с удалением растворителя.

Для солей, растворимость которых мало зависит от температуры, раствор перенесите во взвешенную фарфоровую чашку и упарьте на водяной бане приблизительно до половины начального объема. Затем раствор охладите до комнатной температуры (температуру зафиксируйте в рабочем журнале), чашку с раствором взвесьте.

Выпавшие кристаллы (п.п. «а» и «б») отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте на фильтре небольшим количеством охлажденной дистиллированной воды.

Растворите в двух пробирках с 1-2 мл дистиллированной воды по несколько кристалликов полученного вещества. В первую пробирку добавьте 1-2 капли раствора нитрата серебра (для определения примеси хлоридов), а во вторую – 1-2 капли раствора хлорида бария (для определения примеси сульфатов). Обе пробирки покажите преподавателю. В случае дихромата

калия в исследуемый раствор сначала добавьте 1-2 капли концентрированной азотной кислоты, а уже затем приливайте нитрат серебра или хлорид бария.

Если кристаллы все еще содержат примеси, проведите повторную перекристаллизацию. Для этого взвесьте полученное вещество и рассчитайте количество воды, необходимое для приготовления насыщенного при 60°C раствора. Далее снова приготовьте раствор и проведите с ним все предыдущие операции, кроме горячего фильтрования.

Перекристаллизованное вещество, за исключением кристаллогидратов, поместите в сушильный шкаф и сушите при 60°C до постоянной массы. Для контроля полноты высушивания рекомендуется каждые 15-20 мин вынимать чашку с кристаллами из сушильного шкафа, охлаждать на воздухе и взвешивать. Если после повторного взвешивания масса кристаллов не изменилась, можно считать, что соль высушена.

Кристаллогидраты сушите на воздухе при комнатной температуре. Взвешивание этих солей также производится до постоянной массы. Рассмотрите под микроскопом и зарисуйте форму кристаллов полученных продуктов. Высушенные соли сдайте лаборанту.

Рассчитайте теоретический и практический выход в процентах.

От каких примесей происходит очистка при горячем фильтровании? Почему при перекристаллизации происходит очистка от растворимых примесей? Какие соли нельзя очистить друг от друга методом перекристаллизации? Каких потерь нельзя избежать в процессе перекристаллизации? Почему при охлаждении раствора необходимо перемешивание? Зачем производят упаривание раствора в случае солей с малой зависимостью растворимости от температуры?

2. Очистка иода методом сублимации

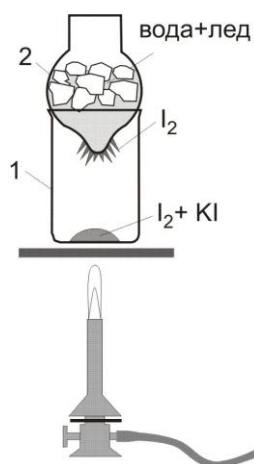


Рис. 13. Прибор для сублимации иода.

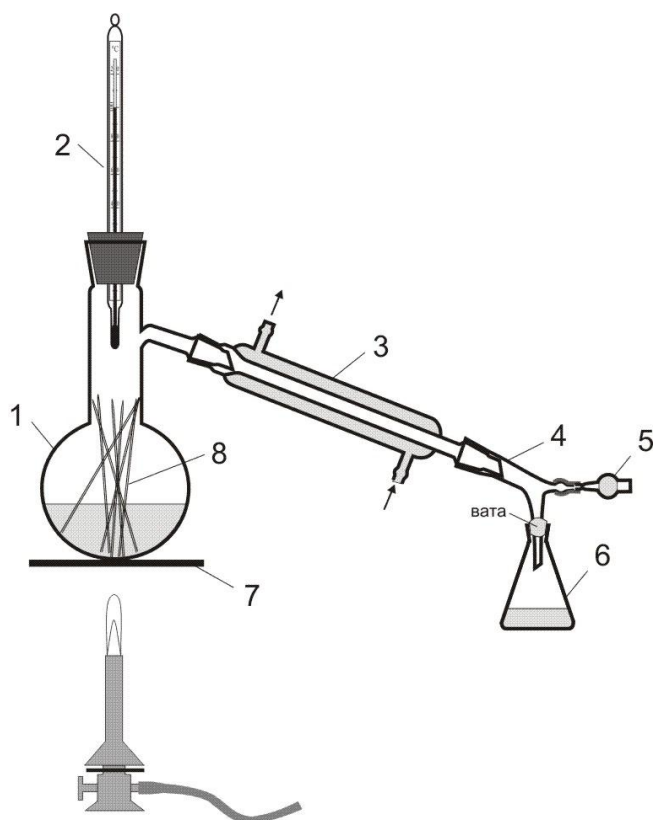
1 – стакан, 2 – колба.

На дно низкого стакана без носика 1 положите 1.0 г кристаллического иода и 0.2 г иодида калия. Закройте стакан маленькой колбой с отростком 2. В колбу налейте холодную воду со льдом. Поместите стакан на асбестовую сетку и осторожно нагрейте его на горелке. Нагревание прекратите после возгонки всего иода, что можно заметить по исчезновению окрашенных паров иода внутри стаканчика. Кристаллы возогнанного иода поместите в бюкс и взвесьте. Рассмотрите форму кристаллов (без микроскопа!). Рассчитайте выход продукта в процентах.

Какие вещества и от каких примесей можно очистить сублимацией? Какого цвета пары иода?

3. Очистка воды от растворенных в ней солей методом перегонки

(один опыт на стол)



Соберите прибор для перегонки, изображенный на рис. 14. Установите термометр таким образом, чтобы ртутный шарик термометра находился на одном уровне с отводной трубкой из колбы или несколько ниже ее.

Определите плотность исходного раствора сульфата меди, его температуру (термометром) и pH (индикаторной бумагой).

Исходный раствор налейте в перегонную колбу Вюрца 1; объем жидкости при этом не должен превышать 150 мл и занимать не более половины объема колбы. Заполните холодильник 3 проточной

водой, причем вода должна поступать снизу вверх.

Рис. 14. Прибор для перегонки воды

1 – колба Вюрца, 2 – термометр, 3 – холодильник прямой, 4 – аллонж, 5 – хлоркальцевая трубка с натронной известью, 6 – колба-приемник, 7 – асбестовая сетка или песчаная баня, 8 – капилляры или «кипелки».

Нагрейте раствор в колбе до кипения горелкой через асбестовую сетку. Обычно скорость перегонки составляет 1-2 капли в секунду на выходе из холодильника. Перегонку можно закончить, когда в приемнике соберется жидкость в количестве, достаточном для определения ее плотности, температуры и pH.

Запишите в рабочем журнале температуру конденсации воды на ртутном шарике термометра с указанием величины атмосферного давления. Перегнанную воду охладите до комнатной температуры и докажите отсутствие в ней исходной соли. Измерьте температуры воды и определите плотность и pH очищенной воды. Что и как изменилось по сравнению с исходным раствором?

Зачем используются капилляры или «кипелки»? От каких примесей нельзя очистить воду простой перегонкой? Является ли температура конденсации характеристикой чистоты вещества? От какого параметра зависит $T_{\text{кип}}$ чистой жидкости?

II. РАСТВОРЫ

1. Пересыщенные растворы (*тиосульфат натрия*).

В сухую пробирку поместите кристаллы тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$ (слой 2 - 3 см) и медленно нагрейте в стакане с горячей водой выше температуры плавления вещества. Осторожно (**не вращая!**) опустите в полученный расплав термометр. Выньте пробирку из стакана с водой и дайте охладиться до комнатной температуры, избегая сотрясений пробирки. Вращением термометра или внесением кристалла - затравки иницилируйте начало кристаллизации и каждые 15 - 30 с записывайте показание термометра, опущенного в пробирку. Постройте график зависимости температуры расплава от времени.

Объясните наблюдаемые явления. Что такое пересыщенный раствор?

2. Выращивание кристаллов пентагидрата сульфата меди из пересыщенного раствора (*один опыт на подгруппу*)

Рассчитайте количество пентагидрата сульфата меди $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$, которое может раствориться в 50 мл воды с образованием насыщенного при 60°C раствора. Взвесьте рассчитанное количество соли на весах. Налейте в химический стакан отмеренное цилиндром количество дистиллированной воды. Стакан поставьте на треногу. Поместите в воду навеску соли и нагрейте раствор до полного растворения соли, при необходимости перемешивая стеклянной палочкой. Полученный раствор осторожно охладите до комнатной температуры, избегая резких сотрясений стакана, накройте кружком фильтровальной бумаги и оставьте в столе до следующего занятия. Что произошло? Рассмотрите полученные кристаллы под микроскопом и зарисуйте их.

3. Кристаллизация тригидрата ацетата натрия из пересыщенного раствора (*один опыт на подгруппу*)

Тщательно вымойте пробирку с использованием соды или хромовой смеси и высушите ее. Насыпьте в пробирку порошок тригидрата ацетата натрия $\text{CH}_3\text{COONa} \times 3\text{H}_2\text{O}$ примерно на треть длины пробирки. Пробирку поместите в стакан с водой так, чтобы уровень жидкости в стакане был выше уровня порошка соли в пробирке. Поставьте стакан на треногу и нагрейте его до полного плавления соли в пробирке с образованием прозрачного раствора.

Если на стенках пробирки остались прилипшие кристаллики соли, смахните их в расплав при помощи стеклянной палочки.

Выньте пробирку из стакана и осторожно охладите на воздухе, не допуская обильной кристаллизации соли. Возьмите остывшую пробирку в руки и встряхните ее. Наблюдайте, как движется фронт кристаллизации соли.

Как и почему изменяется температура пробирки?

4. Определение растворимости веществ в воде

Для выполнения задачи по указанию преподавателя используются соли, очищенные перекристаллизацией из раствора.

Рассчитайте, пользуясь таблицей растворимости, количество воды, необходимое для растворения 30 г соли с образованием насыщенного при комнатной температуре водного раствора и возьмите 100% избыток соли.

Навеску соли поместите в плоскодонную колбу и прилейте из мерного цилиндра дистиллированную воду. Закройте колбу пробкой и перемешивайте содержимое в течение 10-15 мин. Затем колбу поместите в водяную баню с водой при комнатной температуре и выдержите около 10 мин для отстаивания и выравнивания температур воды и раствора. Перед отбором пробы измерьте температуру раствора (или воды).

В две сухие взвешенные с точностью ± 0.01 г фарфоровые чашки отберите мерной пипеткой 5-10 мл исследуемого раствора (**без кристаллов!**). Пипетку предварительно промойте 2-3 раза небольшим количеством исследуемого раствора. Взвесьте чашки с раствором (± 0.01 г) и упарьте растворы досуха, затем чашки с веществом поместите в сушильный шкаф и высушите при 60°C до постоянной массы ± 0.01 г. Заполните нижеследующую таблицу.

Определение растворимости солей.

Результаты измерений	Опыт 1	Опыт 2
1. Температура насыщенного раствора, $^{\circ}\text{C}$		
2. Объем раствора, мл		
3. Масса чашки для упаривания, г		
4. Масса раствора, г		
5. Масса растворенного вещества, г		

6. Концентрация раствора: а) г/100 г H ₂ O б) процентная концентрация, г/100 г раствора (масс.%) в) г/л раствора г) молярность, моль/л раствора д) моляльность, моль/кг раствора е) мольная доля		
Справочные данные, г/100 г раствора		
Расхождение со справочными данными, %		

Рассчитайте концентрацию полученного раствора в: а) г/100 г воды, б) г/100 г раствора (масс.%), в) г/л раствора, г) моль/л раствора, д) моль/кг раствора, е) мольную долю. Примите объем раствора объему исходной воды.

5. Сравнение силы кислот и оснований (один опыт на подгруппу)

а) Налейте в 2 пробирки по 5 мл 5% растворов соляной и уксусной кислот и внесите в них одновременно по одинаковому числу гранул цинка. Отметьте интенсивность выделения водорода. Через 1 - 2 мин в пробирку с соляной кислотой и цинком добавьте немного твердого ацетата натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций. Объясните изменение скорости выделения водорода.

б) Пользуясь универсальным индикатором, определите значения pH дистиллированной воды и 0,1 н. растворов фосфорной, уксусной кислот и раствора аммиака. Определите, будут ли изменяться значения pH растворов при добавлении твердых солей: ортофосфата натрия к раствору ортофосфорной кислоты, ацетата натрия к раствору уксусной кислоты и хлорида аммония к раствору аммиака. Напишите уравнения протолитических равновесий.

6. Гидролиз солей

а) *Определение pH раствора при гидролизе.* На стеклянную пластинку положите полоски бумаги с универсальным индикатором и смочите одну из них раствором карбоната натрия. Сравните окраску индикаторной бумаги с эталонной шкалой и определите pH раствора карбоната натрия. Проведите аналогичные опыты с растворами хлорида алюминия и хлорида натрия. Напишите уравнения реакций гидролиза.

б) *Взаимоусиливающийся гидролиз*. Налейте в пробирку 2-3 мл раствора сульфата меди и по каплям добавьте раствор карбоната натрия. Отметьте окраску образующегося осадка. Какой газ может выделяться в этой реакции?

В пробирку налейте 2-3 мл раствора карбоната натрия и по каплям добавляйте раствор сульфата меди. Отметьте окраску образующегося осадка. Выделяется ли газ в этом случае? Напишите уравнения реакций.

7. Произведение растворимости

а) *Осаждение труднорастворимых солей*. Налейте в три пробирки по 2-3 мл растворов хлоридов бария, стронция и кальция. В первую пробирку прилейте раствор сульфата натрия, во вторую - насыщенный раствор сульфата кальция и в третью - насыщенный раствор сульфата стронция. Напишите уравнения реакций.

Объясните образование осадков, пользуясь понятием произведения растворимости. В каких случаях при сливании растворов солей не происходит образования осадка?

б) *Растворение труднорастворимых солей*. Получите в одной пробирке осадок карбоната кальция, в другой - оксалата кальция. Для этого к раствору любой соли кальция добавьте раствор карбоната или ацетата натрия. Декантируйте растворы и к влажным осадкам прилейте раствор уксусной кислоты. Что при этом происходит? Повторите опыт, заменив уксусную кислоту на соляную.

Напишите уравнения реакций. Объясните полученные результаты с использованием терминов «произведение растворимости» и «константа кислотности».

8. Зависимость pH раствора уксусной кислоты от концентрации

(один опыт на подгруппу).

Приготовьте 0.1 М раствор уксусной кислоты. Пробу 10 мл 0.1 М раствора перенесите мерной пипеткой в мерную колбу емкостью 50 мл. Доведите дистиллированной водой объем раствора до метки. Полученный таким образом 0,02 М раствор кислоты в свою очередь по аналогичной процедуре разбавьте еще в 5 раз и т.д. Для работы потребуется 6 таких растворов (0.1 М, 0.02 М, 4×10^{-3} М, 8×10^{-4} М, 1.6×10^{-4} М, 3.2×10^{-5} М).

Растворы перенесите в пронумерованные сухие стаканы и измерьте рН растворов, **начиная с раствора с минимальной концентрацией! В начале и в конце измерений, а также после окончания измерения рН очередного раствора электроды промывайте дистиллированной водой.** Результаты измерений занесите в таблицу

Зависимость рН раствора уксусной кислоты от концентрации.

Концентрация раствора		рН	Расчет		
			[H ⁺]	Степень диссоциации α	Константа диссоциации
C	$\lg C$				K_a
0.1 М					
0.02 М					
4×10^{-3} М					
8×10^{-4} М					
1.6×10^{-4} М					
3.2×10^{-5} М					

Из полученных значений рН рассчитайте концентрацию водородных ионов [H⁺], степень диссоциации α и константу диссоциации K_a уксусной кислоты для каждого раствора в приближении равенства активностей участвующих в равновесии соединений и ионов их концентрациям. Результаты расчетов внесите в таблицу. Сравните полученное значение константы диссоциации уксусной кислоты (K_a) со справочной величиной.

При каких концентрациях уксусную кислоту можно считать слабым электролитом, а при каких сильным? Напишите уравнение протолитического равновесия.

III. ВОДОРОД

Работа с водородом требует большой осторожности! Водород горюч и в смеси с кислородом или воздухом образует взрывчатую смесь в широком интервале концентраций. Все опыты с водородом проводите только в очках или маске под наблюдением преподавателя!

1. Проверка водорода на чистоту *(наденьте очки или маску!)*.

Если водород необходимо нагреть в приборе или поджечь на выходе из него, вначале следует вытеснить из прибора воздух, а затем проверить водород на чистоту, то есть убедиться в отсутствии в нем примеси кислорода.

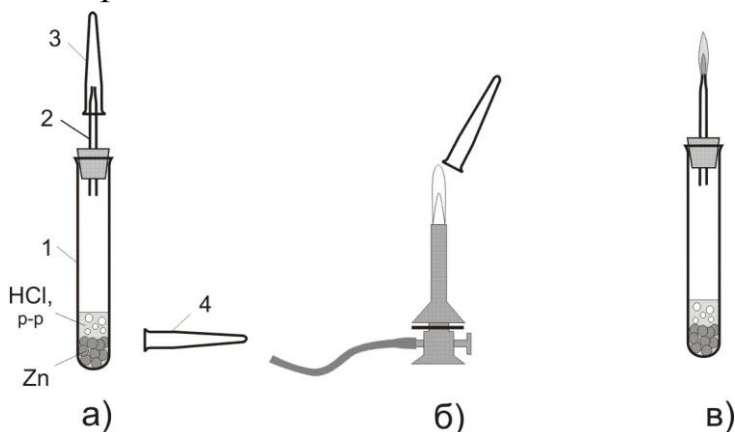


Рис. 15. Получение водорода и проверка его на чистоту

1 – пробирка, 2 – трубка с оттянутым носиком, 3,4 – пробирки для проверки водорода на чистоту

Для проверки водорода на чистоту приготовьте две небольшие пробирки. Наденьте на газоотводную трубку 2 сухую пробирку 3, через 5 - 10 с медленно снимите ее и немедленно закройте отверстие пробирки большим пальцем. Поставьте на ее место вторую пробирку 4. Поднесите заполненную водородом пробирку 3 к пламени горелки сбоку и откройте ее в непосредственной близости от пламени (**горелку держите вдали от прибора с водородом!**). Если водород чистый, то он загорается со слабым глухим звуком, а если загрязнен кислородом, то взрывается со звонким свистящим звуком и желтой вспышкой. Проверку чистоты выделяющегося водорода проводите со сменой пробирок до тех пор, пока собранный газ не будет загораться без свистящего звука (минимум две пробы!). **Ни в коем случае не используйте для сбора водорода пробирку непосредственно после ее внесения в пламя! Горячая пробирка может спровоцировать взрыв выделяющегося водорода!**

Только убедившись в чистоте выделяющегося водорода, можно с разрешения преподавателя поджечь его на выходе из газоотводной

трубки прибора. Для поджигания водорода используйте только лучинку (а не газовую горелку!)

2. Получение водорода действием металла на кислоту

(наденьте очки или маску!)

Поместите в пробирку 5 - 8 кусочков гранулированного цинка, прилейте 5 мл 20% раствора серной кислоты, 1-2 капли раствора сульфата меди и закройте пробирку пробкой с оттянутой газоотводной трубкой.

Проверьте водород на чистоту. Убедившись в чистоте выделяющегося водорода (под наблюдением преподавателя), подожгите его на выходе из газоотводной трубки. Категорически запрещается поджигать водород без разрешения преподавателя или в его отсутствие!

Подержите над пламенем перевернутую холодную стеклянную воронку. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций. После завершения эксперимента погасите пламя (накройте пламя пробиркой для проверки водорода на чистоту) и разберите прибор. Цинк промойте и сдайте лаборанту.

3. Получение водорода действием алюминия на щелочь

(один опыт на подгруппу)

Опыт проводите в вытяжном шкафу в присутствии преподавателя, наденьте очки! Реакция может идти очень бурно! Заранее подготовьте стакан с холодной водой! Для проведения данного опыта используйте тот же прибор, что и в предыдущем эксперименте. Положите в пробирку несколько кусочков предварительно зачищенного шкуркой алюминия, прилейте к ним 2-3 мл 20% раствора гидроксида натрия. Если реакция долго не начинается или идет слишком медленно, **осторожно** подогрейте пробирку в стакане с теплой водой. Если реакция идет слишком бурно, то для замедления скорости реакции немедленно охладите пробирку в стакане с холодной водой. После проверки водорода на чистоту подожгите его. Напишите уравнение реакции.

IV. ГАЛОГЕНЫ

Опыты с галогенами выполняют только в вытяжном шкафу, в маске или очках и с разрешения преподавателя. Опыты с бромом проводят под наблюдением преподавателя в перчатках и очках.

Для нейтрализации свободных галогенов рекомендуется использовать карбонат натрия или тиосульфат натрия.

Продукты реакции, содержащие свободные галогены сливают в специальные емкости (ни в коем случае не выливают в раковину!), расположенные в вытяжном шкафу. Реакционный сосуд затем два-три раза ополаскивают небольшими порциями воды (в вытяжном шкафу!), а промывные воды также сливают в эти емкости. После этого реакционный сосуд можно мыть водой в раковине под тягой и лишь затем выносить из-под нее.

Хлор - ядовитый зеленовато-желтый газ. Вдыхание небольших количеств вызывает кашель и спазм дыхания, при вдыхании больших количеств возможны тяжелые последствия, в том числе воспаление и отек легких. При вдыхании хлора пострадавшего выводят на свежий воздух до полного исчезновения симптомов отравления.

Бром - тяжелая жидкость, образующая темно-красные пары, способные вызвать отравление, слезоотделение, удушье и поражение дыхательных путей. Попадание жидкого брома на кожу приводит к образованию труднозаживающих язв. Наливать бром в пробирки и капельные воронки следует осторожно через воронку в защитных перчатках и очках под наблюдением преподавателя. Для нейтрализации попавшего на кожу брома рекомендуется использовать 2 – 3% раствор тиосульфата натрия. При случайном вдыхании паров брома необходим покой, вдыхание паров разбавленного раствора аммиака (2%-й раствор) или паров этанола и свежий воздух.

Иод – кристаллическое вещество. Пары иода, темно-фиолетового цвета, имеют неприятный запах, похожий на запах хлора, раздражающе действуют на слизистые оболочки. Для нейтрализации иода используют тиосульфат натрия.

1. Реакции образования хлора

Подготовьте шесть сухих пробирок. В первую пробирку поместите несколько кристалликов перманганата калия KMnO_4 , во вторую небольшое количество оксида марганца (IV) MnO_2 , в третью - немного тщательно растертого в порошок дихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, в четвертую – небольшое количество хлората калия KClO_3 , в пятую – немного порошка диоксида свинца PbO_2 . В каждую пробирку прилейте по 1 мл концентрированной соляной кислоты. Если признаков протекания химической реакции не наблюдается, осторожно подогрейте пробирку. Отметьте цвет выделяющегося газа и его действие на полоску фильтровальной бумаги, смоченную каплей раствора иодида калия.

Напишите уравнения реакций, используя метод электронно-ионного баланса. Объясните, почему для получения хлора используется концентрированная, а не 1 М соляная кислота.

Получение хлора действием соляной кислоты на перманганат калия

(один опыт на стол)

Хлор, получаемый действием соляной кислоты на перманганат калия содержит газообразные примеси хлороводорода и воды, а также мелкие

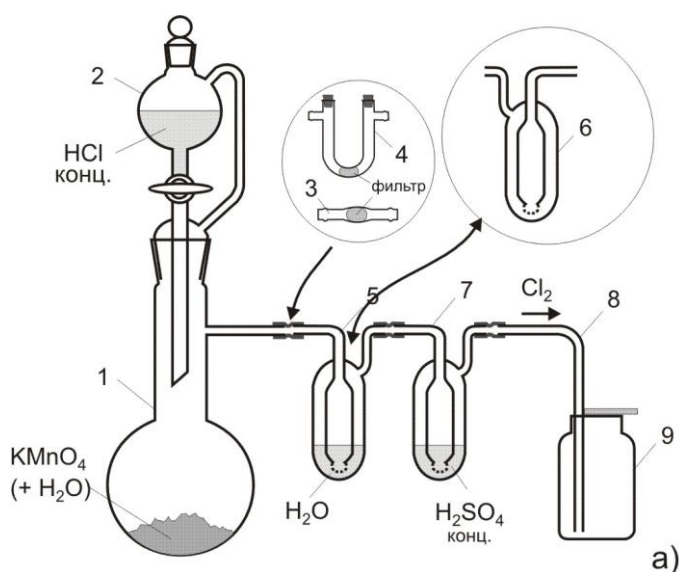


Рис. 16. Прибор для получения хлора.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 4 – фильтры, 5 – промывалка с водой, 6 – предохранительная пустая промывалка, 7 – промывалка с серной кислотой, 8 – газоотводящая трубка, 9 – склянка

а) заполнение склянки хлором

б) пробирка с исследуемым раствором

капли раствора перманганата калия (аэрозоля), увлекаемые из зоны реакции током газа. Общая схема прибора приведена на рис.16.

В колбу Вюрца 1 поместите (через воронку!) 10 – 15 г тщательно растертого в фарфоровой ступке перманганата калия и смочите небольшим

количеством воды (1 - 2 мл). В капельную воронку 2 налейте под наблюдением преподавателя концентрированную соляную кислоту не более чем на 2/3 объема.

Внимание! Убедитесь, что используете именно соляную кислоту, а не серную, так как

ошибка может привести к взрыву.

При необходимости очистки от аэрозольных частиц присоедините к колбе Вюрца 1 маленькую трубку (прямую с расширением в средней части 3 или U-образную 4) с помещенным в нее небольшим **неплотным** фильтром из хлопковой или стеклянной ваты. Для поглощения примесей хлористого водорода пропустите хлор через промывалку с водой 5, а для осушки – через промывалку 7 с концентрированной серной кислотой.

Во избежание попадания концентрированной серной кислоты в промывалку с водой и далее в колбу Вюрца с перманганатом калия, промывалка с серной кислотой должна быть отделена от промывалки с водой пустой предохранительной промывалкой 6, установленной обратным ходом.

Для получения равномерного тока хлора медленно приоткройте кран капельной воронки 2 и добавляйте **по каплям** концентрированную соляную кислоту к перманганату калия. Скорость выделения хлора установите по скорости пробулькивания хлора через промывалки (обычно рекомендуется скорость 1-2 пузырька в секунду). Обратите внимание, что признаком хорошей герметичности прибора является одинаковая интенсивность бульканья хлора во всех промывалках.

2. Свойства хлора. Хлорная вода.

Взаимодействие хлора с металлами

а) Заполните склянку сухим хлором и стряхните в нее с кончика шпателя небольшое количество тонкоизмельченного порошка сурьмы. Что происходит?

б) Поместите в пробирку гранулу олова и пропустите ток сухого хлора. Слегка нагрейте олово до начала химической реакции. По завершении взаимодействия отметьте агрегатное состояние получившегося вещества. Напишите уравнения реакций.

Взаимодействие хлора с неметаллами

а) Поместите на дно пробирки небольшое количество красного фосфора и пропустите ток сухого хлора. Если реакция не идет, то для инициирования реакции дно пробирки слегка подогрейте пламенем газовой горелки. Что происходит при пропускании избытка хлора? Отметьте агрегатные состояния и цвет образующихся последовательно продуктов реакции.

б) На дно пробирки поместите несколько кристаллов сухого иода. Пропустите ток сухого хлора и отметьте изменения цвета продуктов реакции.

Какие вещества последовательно образуются при этом? Напишите уравнения реакций.

Хлорная вода

В какой цвет окрашивается вода в промывалке прибора для получения хлора? Перелейте полученную хлорную воду в четыре пробирки по 1-2 мл в каждую.

а) Проверьте действие хлорной воды в первой пробирке на бумагу с универсальным индикатором. Что наблюдается?

б) Добавьте во вторую пробирку небольшое количество (слой ~5 мм) неполярного растворителя (бензол, тетрахлорид углерода). **Пары растворителя не вдыхать! Работать под тягой!** Тщательно перемешайте содержимое пробирки. После разделения воды и неполярного растворителя на два слоя отметьте окраску каждого слоя и сравните ее с цветом исходной хлорной воды. Что произошло? Затем в эту же пробирку по каплям добавляйте 1 М раствор гидроксида натрия до прекращения изменения окраски, тщательно перемешивая содержимое пробирки после добавления каждой капли щелочи. Как изменяется окраска каждого из слоев? Какие процессы происходят при этом? Напишите уравнение реакции. После стабилизации окраски раствора добавьте в эту же пробирку по каплям 1 М раствор серной кислоты, перемешивая содержимое после каждой новой капли. Как изменяется цвет каждого из слоев? Напишите уравнение реакции.

в) Налейте в третью и четвертую пробирки по 2 мл воды, добавьте в третью 1-2 мл раствора бромид калия, а в четвертую – такой же объем раствора иодида калия. Затем прилейте неполярный растворитель до образования слоя толщиной ~5 мм. Добавляйте в обе пробирки по каплям хлорную воду, тщательно перемешивая содержимое пробирки после прибавления каждой капли. Отметьте изменения окраски неполярного растворителя. Образованию каких продуктов соответствует наблюдаемая окраска? Напишите уравнения последовательных превращений.

3. Свойства брома (один опыт на подгруппу)

Взаимодействие брома с металлами

Эксперименты с жидким бромом следует проводить в вытяжном шкафу в защитной маске (очках) и перчатках в присутствии преподавателя.

Закрепите пробирку в лапке штатива над баней с песком и налейте в нее небольшое количество (~ 0.5 мл) брома. Возьмите тигельными щипцами или длинным пинцетом узкую полоску алюминиевой фольги, предварительно зачищенной наждачной бумагой или скальпелем, и бросьте в пробирку с бромом. **Осторожно! Реакция начинается не сразу, но сопровождается сильным разогреванием реакционной смеси!** После завершения реакции отметьте цвет и агрегатное состояние продукта реакции. Напишите уравнение реакции.

Взаимодействие брома с неметаллами

Налейте в пробирку, закрепленную в лапке штатива над баней с песком ~ 0.5 мл брома и **осторожно** стряхните в нее со шпателя немного порошка сухого красного фосфора. **Реакция может протекать бурно! Очки, опущенные створки тяги!** После завершения реакции рассмотрите образовавшиеся продукты реакции. Отметьте цвет и агрегатное состояние продуктов реакции. Напишите уравнения реакций.

4. Свойства иода

а) В пробирку с дистиллированной водой поместите кристаллик иода и нагрейте. Отметьте окраску образующегося при нагревании раствора. Как изменяется окраска при охлаждении раствора?

б) Налейте в пробирку 2 мл разбавленной серной кислоты, добавьте 2 - 3 капли концентрированного раствора бромата калия (готовить из твердой соли) и маленький кристаллик иода. Содержимое пробирки тщательно перемешайте и прибавьте несколько капель неполярного растворителя до образования тонкого слоя (~ 5 мм). Встряхните содержимое пробирки. Отметьте окраску слоя неполярного растворителя. Объясните наблюдаемые явления. Напишите уравнение реакции.

5. Окисление галогенид - ионов (один опыт на стол)

а) Налейте в первую пробирку 2-3 мл раствора хлорида калия, во вторую – столько же раствора бромиды калия, в третью – иодида калия. В каждую из пробирок добавьте по несколько капель 5 М серной кислоты, затем по 1-2 капли раствора перманганата калия и неполярного растворителя. Тщательно перемешайте содержимое пробирок. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

б) Проведите аналогичные опыты с растворами дихромата калия и пероксида водорода (3%) вместо перманганата калия. Объясните наблюдаемые явления и напишите уравнения реакций.

На основе проведенных реакций сопоставьте восстановительные свойства галогенид-ионов.

6. Взаимодействие галогенидов калия с концентрированной серной и ортофосфорной кислотами

(один опыт на стол).

Подготовьте три пробирки. В первую пробирку поместите около 0.5 г твердого хлорида калия, во вторую – столько же твердого бромиды калия, в третью – иодида калия.

В каждую из пробирок добавьте пипеткой по 1-2 капли концентрированной серной кислоты. **Осторожно! Реакция может протекать очень бурно!** Отметьте цвет выделяющихся из каждой пробирки газов и их отношение к влажной полоске универсального индикатора.

Сравните полученные результаты. Напишите уравнения реакций.

Проведите аналогичные опыты, взяв вместо концентрированной серной концентрированную ортофосфорную кислоту. Если реакция протекает слишком медленно, осторожно подогрейте пробирку. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций и объясните наблюдаемые явления.

7. Получение хлороводорода и его взаимодействие с водой

(один опыт на подгруппу)

Галогеноводороды – удушливые газы, вызывают сильные ожоги слизистой оболочки, разрушают зубы. Все опыты с газообразными галогеноводородами следует проводить только в вытяжном шкафу.

Для лабораторного получения хлороводорода используется прибор, изображенный на рис. 17. В колбу Вюрца поместите ~20 г твердого хлорида натрия и смочите его 3–5 мл концентрированной соляной кислоты. В капельную воронку налейте 20-30 мл концентрированной серной кислоты.

Для осушения хлорида водорода присоедините к колбе Вюрца промывалку с концентрированной серной кислотой.

Осторожно приоткройте кран капельной воронки и медленно, по каплям

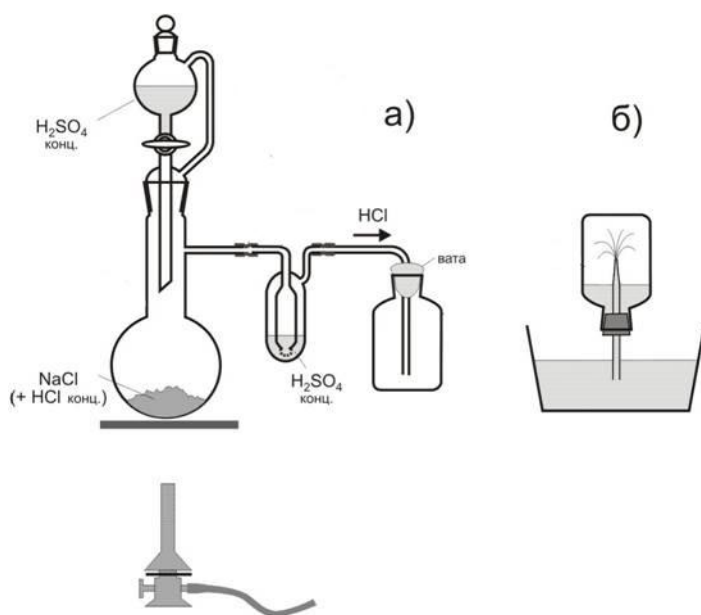


Рис. 17. Прибор для получения хлороводорода.

- а) заполнение склянки хлоридом, б) демонстрация опыта «фонтанчик».

добавляя серную кислоту в колбу Вюрца, добейтесь равномерного тока хлорида водорода через промывалку. Заполните **тщательно высушенную толстостенную** склянку хлороводородом. Конец заполнения можно определить по покраснению влажной лакмусовой бумажки, поднесенной к верху склянки.

Закройте склянку с хлороводородом резиновой пробкой с оттянутой трубкой, обращенной капилляром внутрь склянки. Для ускорения появления фонтанчика можно капнуть одну-две капли воды в трубку. В этом

случае сразу же закройте трубку пальцем, переверните склянку вверх дном, опустите капиллярной трубкой в кристаллизатор с водой, подкрашенной раствором индикатора, и уберите под водой палец с трубки. Дождитесь фонтанирования. Объясните наблюдаемые явления. Напишите уравнения реакций.

8. Получение иодоводорода

Соберите прибор, изображенный на рис. 18. В маленькую пробирку Вюрца 1 поместите смесь 1 г иода и 0.3 г красного фосфора. Для очистки иодоводорода от паров иода в маленькую трубку 3 с расширением в средней части поместите рыхлую стекловату, смешанную с красным фосфором. Газоотводящую трубку 4 опустите в пробирку - приемник 5 с 5 мл дистиллированной воды, охлаждаемую водой со льдом. Трубка 4 должна доходить почти до самой поверхности воды, но не касаться ее (**почему?**)

Наберите воду в пипетку и по капле добавляйте воду в реакционную смесь. **Внимание! Реакция может протекать очень бурно. Заранее подготовьте стакан с холодной водой для охлаждения реакционной смеси. Если сразу**

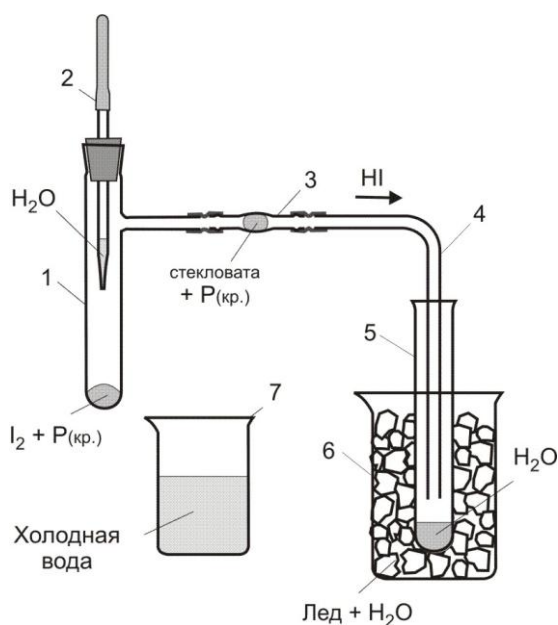


Рис. 18. Прибор для получения иодоводородной кислоты.

1 – пробирка Вюрца, 2 – капельная пипетка, 3 – трубка с расширением, заполненная красным фосфором на стекловате. 4 – газоподводящая трубка, 5 – пробирка - приемник, 6 – баня со льдом, 7 – стакан с водой

добавить в пробирку Вюрца много воды, выделяющийся иодоводород полностью растворится в ней и вообще не заполнит систему!

Полученный раствор иодоводородной кислоты разлейте в три пробирки. В первую пробирку опустите полоску универсального индикатора, во вторую добавьте 1-2 гранулы металлического цинка, в третью – немного порошка карбоната кальция. Напишите уравнения протекающих реакций.

Почему раствор иодоводородной кислоты желтеет при стоянии на воздухе?

9. Свойства хлората или бромата калия (один опыт на подгруппу)

Опыт проводите с опущенными створками тяги, в защитной маске и резиновых перчатках! Возможно разбрызгивание реакционной массы!

Поместите в три сухие фарфоровые чашки по 0.5 г твердого хлората (бромата) калия.

а) В первую фарфоровую чашку при помощи длинной пипетки внесите несколько капель концентрированной серной кислоты. Что происходит?

б) Проведите аналогичный опыт с концентрированной соляной кислотой. Что происходит в этом случае?

в) Осторожно добавьте в третью чашку 0.5 г сахарной пудры. Смесь аккуратно перемешайте длинной стеклянной палочкой. При помощи длинной пипетки (**очки, опущенные створки тяги, фарфоровая чашка с реакционной смесью расположена в глубине вытяжного шкафа!**) внесите в реакционную смесь каплю концентрированной серной кислоты. Объясните наблюдаемые явления. Напишите уравнения всех проведенных реакций.

Синтезы по теме «Галогены»:

1. Получение хлорида железа(III)

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 19. В **сухую** реакционную трубку 6 из тугоплавкого стекла поместите ~ 0.5 г тонкой железной проволоки или стружки, взвешенной с точностью ± 0.01 г.

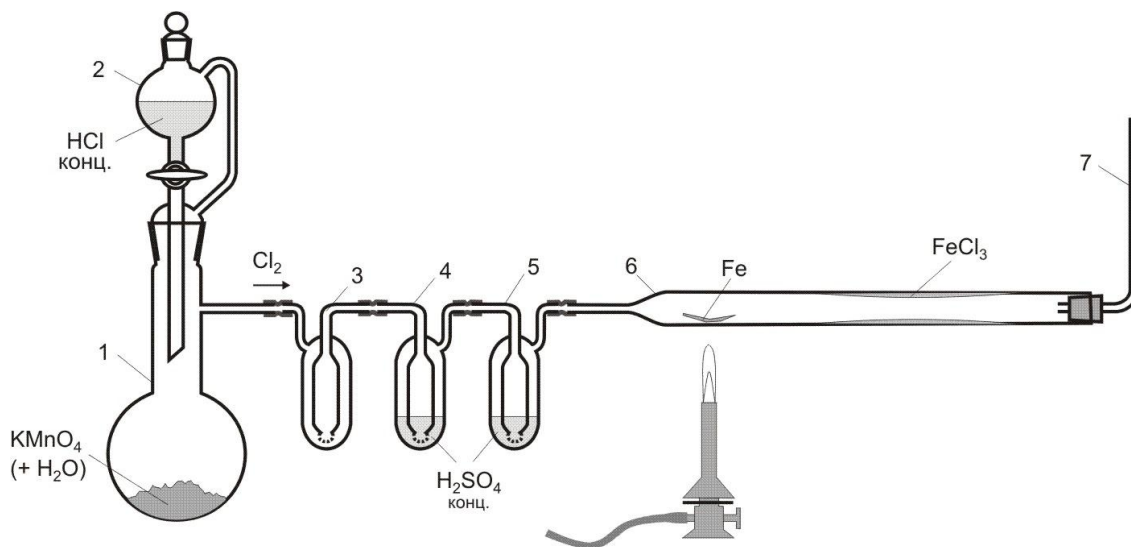


Рис. 19. Прибор для получения хлорида железа (III).

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка пустая (предохранительная), 4, 5 – промывалки с серной кислотой, 6 – трубка реакционная, 7 – газоотводная трубка.

По каплям добавляйте концентрированную соляную кислоту к перманганату калия в колбу Вюрца 1. После заполнения прибора хлором осторожно прогрейте в токе хлора, а затем сильно нагрейте пламенем газовой горелки то место реакционной трубки 6, где лежит железо. Отрегулируйте ток хлора так, чтобы железо непрерывно горело в токе хлора, а образующийся хлорид железа конденсировался на стенках реакционной трубки 6 и не уносился из прибора через газоотводную трубку 7. При сильном разогревании железа отставьте горелку.

По окончании реакции охладите реакционную трубку 6 в токе хлора. Отсоедините трубку от промывалок, удалите остатки непрорегировавшего железа и быстро высыпьте хлорид железа (III) в предварительно высушенный и взвешенный бюкс. Бюкс тотчас же закройте крышкой и взвесьте. Напишите уравнение реакции. Рассчитайте выход в процентах относительно взятого количества железа.

Небольшое количество хлорида железа растворите в воде и определите рН среды универсальным индикатором. Объясните наблюдаемое явление и напишите уравнение реакции.

2. Получение и свойства хлората калия

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 20. Налейте 40 мл дистиллированной воды в химический стакан и растворите в ней при нагревании (70 - 80°C) 3 г карбоната калия и 11.5 г карбоната натрия. Чтобы выход газоотводной трубки не забивался твердыми продуктами реакции,

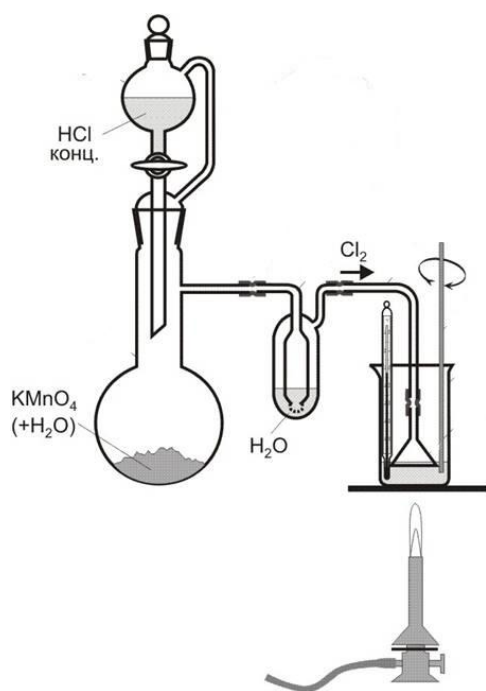


Рис. 20. Прибор для получения хлората калия.

присоедините к ней маленькую воронку таким образом, чтобы широкая часть воронки слегка касалась поверхности раствора.

Пропустите ток хлора через горячий раствор, нагретый до 70 - 80°C при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой. **Температуру раствора поддерживайте такой, чтобы при пропускании хлора происходило постоянное выделение углекислого газа.** Прекращение выделения пузырьков углекислого газа в горячем растворе служит признаком окончания реакции. После завершения процесса охладите раствор при постоянном перемешивании в кристаллизаторе с водой и льдом.

Выделившиеся кристаллы отфильтруйте на стеклянном пористом фильтре и рассмотрите под микроскопом. Вещество взвесьте и рассчитайте выход в процентах относительно взятого количества карбоната калия. Напишите уравнения реакций.

Смешайте в пробирке 0.6 г полученного хлората калия с 0.5 г щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Затем прилейте в пробирку 2.5 мл 20% серной кислоты. Реакционную смесь в пробирке осторожно подогрейте. Какой газ выделяется? Напишите уравнение реакции.

3. Получение дигидрата тетрахлороиодата(III) калия окислением иодида калия хлором в соляной кислоте

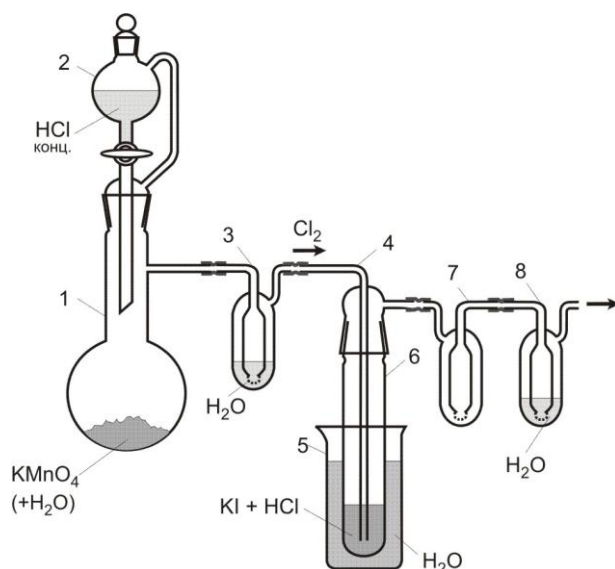


Рис. 21. Прибор для получения
дигидрата тетрахлороиодата (III)
калия.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 8 – промывалки с водой, 4 – газоподводящая трубка, 5 – стакан с водой, 6 – реактор, 7 – предохранительная промывалка.

Хлор пропускайте до тех пор, пока весь выпавший первоначально иод не прореагирует с хлором и окраска раствора не станет светло-желтой. Для ускорения реакции раствор с осадком иода рекомендуется периодически перемешивать длинной стеклянной палочкой, кратковременно приподнимая крышку реактора с газоподводящей трубкой 4 и не прекращая пропускать хлор. Реактор 6 после завершения реакции отсоедините от прибора и охладите в бане со льдом.

Выпавшие кристаллы отделите на воронке Бюхнера, вещество высушите на фильтре при включенном водоструйном насосе. Полученный препарат поместите в сухой предварительно взвешенный бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах.

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 21. В колбу Вюрца 1 поместите 15 г растертого перманганата калия, смоченного небольшим количеством воды, а в капельную воронку 2 налейте концентрированную соляную кислоту. Промывалки 3 и 8 заполните водой.

В реактор 6 поместите раствор 3,0 г иодида калия в 7 мл дистиллированной воды и 1-2 мл концентрированной соляной кислоты. Реактор погрузите в стакан 5 с теплой (30 - 40°C) водой.

Осторожно приоткройте кран капельной воронки 2 и, добавляя по каплям соляную кислоту к перманганату калия, установите сильный и равномерный ток хлора

Часть кристаллов растворите в теплой дистиллированной воде. Определите pH раствора. Какие продукты образуются при гидролизе дигидрата тетрахлороиодата(III) калия? Напишите уравнения реакций.

4. Получение и свойства иодата калия

Подогрейте в химическом стакане 20 мл дистиллированной воды и растворите 5 г растертого в порошок перманганата калия. В полученный горячий раствор внесите небольшими порциями 2.5 г мелкоизмельченного иода. Для инициирования реакции добавьте немного (0,1 г) иодида калия или прилейте несколько капель гидроксида калия. О завершении реакции можно судить по изменению окраски капли пробы раствора на фильтровальной бумаге. После окончания взаимодействия горячий раствор профильтруйте через бумажный складчатый фильтр на воронке для горячего фильтрования.

Стакан с фильтратом охладите в бане со льдом. Выпавшие при охлаждении кристаллы иодата калия отфильтруйте на воронке Бюхнера.

Напишите уравнение реакции синтеза иодата калия. Определите выход иодата калия относительно взятого количества иода.

В фарфоровую чашку поместите несколько кристаллов иодата калия и осторожно смочите 3-4 каплями концентрированной серной кислоты. Что наблюдается? Прodelайте аналогичный опыт с концентрированной соляной кислотой. Что происходит в этом случае? Напишите уравнения реакций.

V. КИСЛОРОД

1. Получение и свойства кислорода (один опыт на подгруппу)

Получение кислорода

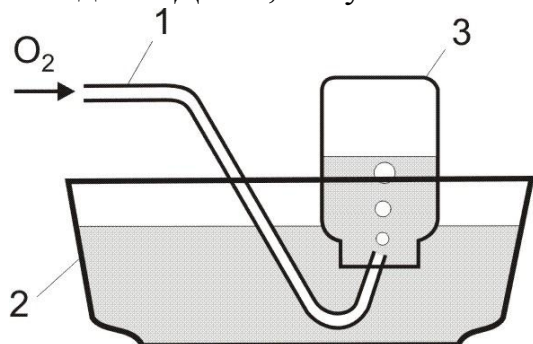
а) Поместите в пробирку несколько кристалликов перманганата калия, пробирку закрепите наклонно в штативе и нагрейте пламенем горелки. Внесите в пробирку тлеющую лучинку. Что происходит? Какие продукты могут образоваться в результате разложения перманганата калия? Напишите уравнения реакций.

б) В пробирку налейте 3 - 5 мл 3% пероксида водорода. На кончике шпателя внесите немного порошка оксида марганца (IV). Тлеющей лучинкой проверьте, какой газ выделяется. Напишите уравнение реакции. Какую роль играет оксид марганца (IV)?

Термическое разложение каких еще веществ можно использовать для получения кислорода?

Свойства кислорода

Заполните кислородом три склянки методом вытеснения воды (рис. 22). Для этого вначале наполните склянку водой до краев и закройте ее стеклянной пластинкой, затем переверните и погрузите в кристаллизатор с водой. Далее, опустите газоотводную трубку от источника кислорода



(баллона, кислородной подушки) в воду и отрегулируйте ток кислорода (ток кислорода должен быть таким, чтобы можно было легко считать пузырьки газа). Заполните склянку кислородом, закройте ее под водой стеклянной пластинкой быстро выньте из воды и переверните. Прodelайте следующие опыты.

Рис. 22. Заполнение склянок кислородом

1 – газоподводящая трубка, 2 – кристаллизатор с водой, 3 – склянка, 4 – стеклянная пластинка.

а) Положите в ложечку для сжигания кусочек серы величиной с горошину, подожгите ее в пламени газовой горелки (**в вытяжном шкафу!**). Обратите внимание на цвет и размер пламени горящей серы. Внесите горящую серу в банку с кислородом. Как изменяется горение серы?

б) Положите в ложечку для сжигания небольшой кусочек древесного угля, накалите его в пламени газовой горелки и внесите в банку с кислородом. Как изменяется интенсивность горения угля в кислороде?

в) Сверните спиралью отрезок тонкой стальной проволоки или возьмите стальную канцелярскую скрепку. Наколите на проволоку маленький кусочек корковой пробки. Подожгите пробку и быстро внесите в банку с кислородом. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Как влияет на интенсивность горения веществ замена воздуха кислородом? Чем это объясняется?

2. Хемилюминесценция (синглетный кислород)

(один опыт на подгруппу).

Соберите в вытяжном шкафу в затемненном месте прибор для получения хлора (рис. 16) без промывалки с серной кислотой. В качестве счетчика пузырьков оставьте промывалку с водой. Приготовьте в химическом стакане раствор двух объемов 5 М раствора гидроксида натрия и одного объема 30% раствора пероксида водорода. Через полученный раствор пропускайте хлор отдельными пузырьками. Наблюдайте свечение. Какова его окраска? Напишите уравнения реакций.

Какова природа свечения?

3. Свойства пероксида водорода

Работа с раствором пероксида водорода производится в защитных очках и перчатках! Не допускайте попадания раствора H_2O_2 на открытые участки кожи.

а) К 3% раствору пероксида водорода в пробирке прилейте несколько капель раствора иодида калия. Что наблюдается? Разбавьте раствор водой и добавьте 1-2 капли раствора крахмала. Что происходит? Напишите уравнение реакции.

б) Слейте (**в вытяжном шкафу!**) равные объемы растворов нитрата свинца и сульфида натрия. Полученный в пробирке осадок промойте водой методом декантации обработайте 3% раствором пероксида водорода. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций. **Посуду из-под раствора сульфида натрия мыть только под тягой!**

в) К 3% раствору пероксида водорода, подкисленного 1 М раствором серной кислоты, добавьте 1-2 капли раствора перманганата калия. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Какие свойства проявляет пероксид водорода в этих реакциях?

VI. СЕРА

1. Получение модификаций серы и исследование их свойств

Ромбическая сера.

В сухую пробирку налейте 4-5 мл хлороформа (**в вытяжном шкафу, пары не вдыхать!**) и небольшими порциями, встряхивая содержимое пробирки, внесите порошок серы до тех пор, пока он не перестанет больше растворяться. Полученный раствор профильтруйте через гладкий бумажный фильтр в фарфоровую чашку, закройте ее стеклом и оставьте в вытяжном шкафу для медленного испарения. Когда объем раствора уменьшится в два раза, осторожно возьмите пипеткой каплю раствора, поместите ее на предметное стекло, закройте покровным стеклом и поместите под окуляр микроскопа. Наблюдайте за ростом кристаллов. Кристаллы зарисуйте.

Моноклинная сера.

Заполните небольшой фарфоровый тигель серой и медленно расплавьте её (**опыт проводить под тягой, не допускать воспламенения серы**). Расплав должен занимать не менее половины тигля. Охладите тигель, следя за образованием кристаллической корочки. Когда кристаллы почти сомкнутся в центре, возьмите тигель тигельными щипцами и быстро вылейте не успевшую застыть серу из тигля в стакан с водой. Рассмотрите под микроскопом и зарисуйте оставшиеся в тигле кристаллы. Сравните их форму с кристаллами, полученными в предыдущем опыте. Объясните наблюдаемые явления.

Два-три полученных кристалла осторожно растворите в минимальном количестве хлороформа на часовом стекле и после испарения растворителя под тягой рассмотрите форму вновь образовавшихся кристаллов.

Пластическая сера.

Наполните $\sim 1/5$ пробирки серой и, держа пробирку при помощи держателя, осторожно обогревайте её в пламени горелки (**опыт проводить под тягой, не допускать воспламенения серы**). Наблюдайте плавление и последующие изменения цвета и вязкости серы. Когда сера в пробирке начнет кипеть, быстро вылейте расплав тонкой струей в кристаллизатор с холодной водой. Полученную каучукоподобную массу выньте из воды и высушите между листами фильтровальной бумаги. Испытайте тягучесть пластической серы и её растворимость в хлороформе.

Приведите в рабочем журнале схему p - T фазовой диаграммы серы. Укажите области существования различных модификаций серы. Поясните, как построена пластическая сера.

2. Сероводород (один опыт на подгруппу)

Сероводород ядовит! Все опыты с сероводородом следует проводить в вытяжном шкафу. Посуду с сероводородными остатками не допускается выносить из вытяжного шкафа! Сероводородные остатки необходимо сначала нейтрализовать раствором сульфата меди, а лишь затем посуду мыть водой в раковине под тягой.

Поместите в колбу Вюрца 5 г сульфида железа, в капельную воронку налейте 20% раствор соляной кислоты. Присоедините к отводу колбы Вюрца газоотводную трубку. Налейте в 11 пробирок по 2-3 мл раствора каждого из нижеперечисленного веществ:

бромная вода, подкисленный 1 М серной кислотой раствор KMnO_4 , подкисленный 1 М серной кислотой раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, концентрированная серная кислота, сульфат меди CuSO_4 , нитрат свинца $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, нитрат кадмия $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, нитрат марганца $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$, хлорид железа (III) FeCl_3 , хлорид цинка ZnCl_2 .

Откройте кран капельной воронки и по каплям приливайте соляную кислоту к сульфиду железа. Добейтесь равномерного тока сероводорода. Поочередно поднося пробирки к выходу газоотводной трубки, установите, как действует сероводород на растворы вышеупомянутых веществ. Напишите уравнения реакций.

Для расстановки коэффициентов в окислительно-восстановительных реакциях с участием сероводорода используйте метод электронно-ионного баланса.

3. Сульфиды металлов (один опыт на подгруппу)

Опыты по получению и исследованию свойств сульфидов выполняйте только в вытяжном шкафу!

Получение сульфидов металлов из простых веществ

а) **Сульфид меди.** Заполните пробирку на $\sim 1/10$ серой и нагрейте ее (держа при помощи держателя) в пламени горелки, пока пары серы не заполнят всю пробирку. Небольшую полоску медной фольги, держа щипцами, накалите в пламени горелки докрасна и быстро внесите в пары серы. Что происходит?

б) **Сульфид алюминия.** Смешайте 1 г порошкообразного алюминия со стехиометрическим количеством тонко растертой в ступке серы. Высыпьте смесь горкой на железную пластину. Вставьте в середину горки длинную магниевую ленту и осторожно подожгите ее горящей длинной лучинкой в

вытяжном шкафу (**наденьте очки, не наклоняйтесь над смесью, створки тяги опущены!**). Небольшое количество сульфида алюминия внесите в пробирку с горячей водой. Что происходит? **Не выбрасывайте полученный твердый сульфид алюминия в мусорное ведро! Его нужно нейтрализовать действием концентрированной азотной кислоты в стакане или в пробирке.**

Сульфид железа. Смешайте 1 г мелкого порошка железа со стехиометрическим количеством серы. Перенесите смесь в пробирку и, укрепив ее в лапке штатива, сильно нагрейте газовой горелкой дно пробирки до начала взаимодействия. Как только начнется реакция, уберите нагрев. Что наблюдается?

Сульфид цинка. Смешайте 3 г мелкого порошка цинка со стехиометрическим количеством серы. Поместите смесь на металлическую пластинку и нагрейте ее снизу газовой горелкой (**наденьте очки, не наклоняйтесь над смесью, створки тяги опущены!**). Что происходит?

Напишите уравнения реакций получения сульфидов металлов из простых веществ, а также реакции взаимодействия полученных сульфидов с водой и соляной кислотой.

Осаждение сульфидов металлов сульфидом натрия.

Налейте в отдельную пробирку по 2-3 мл раствора каждого из нижеперечисленного веществ: сульфат меди CuSO_4 , нитрат свинца $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, нитрат кадмия $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, нитрат марганца $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, хлорид железа (III) FeCl_3 , хлорид цинка ZnCl_2 . В каждую из пробирок прибавьте по 1-2 мл раствора сульфида натрия. Отметьте цвет образующихся осадков.

Сопоставьте в виде таблицы, какие осадки выпадают при действии на растворы солей металлов сероводорода и раствора сульфида натрия.

4. Реакции образования оксида серы (IV)

Оксид серы (IV) имеет неприятный запах и оказывает удушающее действие. Все опыты с оксидом серы (IV) проводите только под тягой!

а) Подожгите в ложечке для сжигания крупинку серы. Что образуется при горении серы на воздухе?

б) Положите в пробирку несколько кристаллов сульфита натрия и добавьте 2-3 капли концентрированной серной кислоты. Какой газ выделяется? Испытайте действие выделяющегося газа на полоску

фильтровальной бумаги, смоченной подкисленным раствором перманганата калия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

в) Поместите в пробирку немного медных стружек или фольги и прилейте 1-2 мл концентрированной серной кислоты. Нагрейте пробирку (держая ее при помощи держателя) в пламени горелки. Что наблюдается? Какой газ выделяется? Напишите уравнение реакции.

5. Серная кислота и ее соли

Все опыты с серной кислотой проводите под тягой, в очках и перчатках.

Отношение концентрированной серной кислоты к воде.

Налейте в стакан 10-15 мл воды, измерьте ее температуру и, не вынимая термометр, добавьте 2 мл концентрированной серной кислоты. Запишите показания термометра.

В каком порядке следует приливать воду и концентрированную серную кислоту для приготовления растворов?

Действие серной кислоты на органические вещества.

а) Опустите лучинку в пробирку с небольшим количеством концентрированной серной кислоты. Что происходит?

б) Осторожно смешайте в стакане 1 мл концентрированной серной кислоты и 1 мл воды. Смочите конец стеклянной палочки полученным раствором, сделайте надпись на листке белой бумаги. Осторожно нагревая бумагу (**не допускать воспламенения!**) над слабым пламенем газовой горелки, высушите бумагу. Что происходит с надписью?

в) В пробирку поместите 5 г сахарной пудры, смочите ее водой до состояния густой кашицы, затем прилейте 3 мл концентрированной серной кислоты. Быстро перемешайте массу стеклянной палочкой. Что происходит? Какие газообразные вещества при этом получаются?

Действие серной кислоты на неметаллы.

В две пробирки налейте по 2-3 мл концентрированной серной кислоты, внесите в одну из них небольшой кусочек серы, в другую - угля и осторожно нагрейте. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Действие серной кислоты на металлы.

Налейте в пробирку 2-3 мл концентрированной серной кислоты и опустите в нее несколько кусочков железной проволоки. Что наблюдается?

Осторожно нагрейте пробирку. Происходят ли при этом какие-либо изменения? Напишите уравнение реакции.

Термическая устойчивость сульфатов.

В небольшой тигель поместите 1-2 г гидросульфата натрия и сначала осторожно нагрейте, а затем сильно прокалите в пламени газовой горелки. Какие соединения при этом образуются? Напишите уравнения реакций.

6. Получение и свойства тиосульфата натрия

Получение тиосульфата натрия.

Растворите в конической колбе 6 г сульфита натрия в 25 мл дистиллированной воды. Измельчите в фарфоровой ступке 1.5 г серы. Смочите серу 1-2 мл спирта и перенесите в колбу с раствором сульфита натрия. Смесь нагрейте до кипения и кипятите. Признаком окончания реакции служит нейтральная реакция раствора по универсальной индикаторной бумаге. Если в процессе кипячения происходит сильное уменьшение объема раствора, добавьте дистиллированную воду.

Полученный горячий раствор профильтруйте через складчатый фильтр на воронке для горячего фильтрования и упарьте до 1/3 первоначального объема. Выпавшие после охлаждения кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Напишите уравнение реакции. Взвесьте полученную соль и определите выход в %.

Свойства тиосульфата натрия.

Растворите полученный тиосульфат натрия в дистиллированной воде. Полученный раствор разлейте на 4 пробирки. В первую пробирку добавьте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – хлорную воду, в третью – бромную воду, в четвертую – иодную воду. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Синтезы по теме «Сера»:

1. Получение и свойства оксида серы (IV). Сжигание оксида серы (IV).

Соберите прибор, изображенный на рис. 23. В промывалку 3 налейте концентрированную серную кислоту, на выходе из U-образной трубки 4

установите трубку 5 с хлоридом кальция, U-образную трубку поместите в баню 6 с охлаждающей смесью хлорида натрия со льдом, температура которой должна быть ниже -10°C , и выдержите ее в бане 6 в течение 10-15 мин до начала нагревания колбы 1.

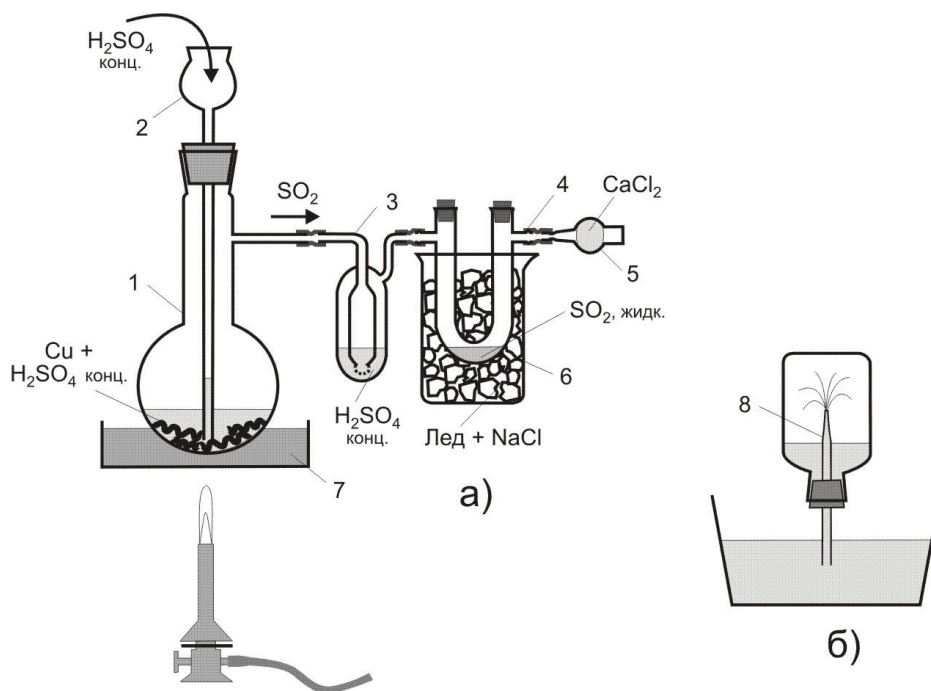


Рис. 23. Прибор для получения сернистого газа действием концентрированной серной кислоты на медь и его сжижения.

а) сжижение сернистого газа, б) демонстрация опыта «фонтанчик»

1 – колба Вюрца, 2 – воронка, 3 – промывалка с серной кислотой, 4 – U-образная трубка-приемник, 5 – хлоркальциевая трубка, 6 – баня с охлаждающей смесью, 7 – песчаная баня, 8 – толстостенная склянка.

В колбу Вюрца 1 поместите 10 г медных стружек и прилейте 50 мл концентрированной серной кислоты. Сильно нагрейте реакционную колбу на песчаной бане до начала интенсивного выделения газа. Следите за температурой охлаждающей смеси. Что собирается в U-образной трубке? Напишите уравнение реакции.

После того как в приемнике соберется 2 – 3 мл жидкости, отсоедините его от прибора, присоедините вместо него изогнутую вниз газоотводную трубку 7 и проделайте следующие опыты.

а) В **тщательно высушенную толстостенную** склянку емкостью 50-100 мл вылейте полученный жидкий оксид серы (IV). После его испарения плотно закройте склянку пробкой со стеклянной трубкой, оттянутой внутрь

склянки. Переверните склянку с газом вверх дном и погрузите конец стеклянной трубки в кристаллизатор с водой, подкрашенной раствором индикатора. Дождитесь появления фонтана воды в склянке.

Объясните происходящее явление. Какие равновесия устанавливаются при растворении оксида серы (IV) в воде? Напишите уравнения реакций.

б) Налейте в 4 пробирки по 2-3 мл раствора каждого из нижеперечисленного веществ: хлорная вода, бромная вода, подкисленный 1 М серной кислотой раствор KMnO_4 , подкисленный 1 М серной кислотой раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Поочередно поднося пробирки к выходу газоотводной трубки, установите, как действует оксид серы (IV) на растворы вышеупомянутых веществ. Напишите уравнения реакций.

Для расстановки коэффициентов в окислительно-восстановительных реакциях с участием оксида серы (IV) используйте метод электронно-ионного баланса.

2. Получение серной кислоты нитрозным способом

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 24. Промывалку 3 заполните концентрированной серной кислотой, а промывалку 7 – концентрированной азотной кислотой. В колбу Вюрца 1 поместите 30 г сульфита натрия и смочите его 5 мл воды, в капельную воронку 2 налейте концентрированную серную кислоту. В колбу 9 внесите 3-5 г медных стружек, а в воронку 8 - концентрированную азотную кислоту.

Приоткройте кран капельной воронки 8 и осторожно, по каплям, приливайте азотную кислоту к медным стружкам в колбе Вюрца 9. Как только колба 4 заполнится диоксидом азота (коричневая окраска должна быть интенсивной), закройте кран воронки 8, откройте кран воронки 2 и начните прибавлять по каплям серную кислоту в колбу 1. Следите за изменением окраски и выпадением кристаллов нитрозилсерной кислоты NOHSO_4 на стенках колбы 4. Прилейте в колбу 4 с помощью мерной пипетки с делениями 2 - 3 мл воды через трубку 6 и ополосните ею стенки колбы. Что происходит с кристаллами? Какой газ заполняет колбу теперь?

С помощью груши 5 прокачайте немного воздуха через колбу 4, наблюдая за изменением окраски газа. Вновь пропустите ток сернистого газа в колбу 4 и повторите несколько раз цикл окисления сернистого газа, приливая при необходимости воду через трубку 6. После прекращения выделения сернистого газа из колбы Вюрца 1 ополосните колбу 4 еще 2 - 3 мл воды и вылейте жидкость в стакан. Докажите, что получился раствор серной кислоты. Напишите уравнения всех происходящих процессов.

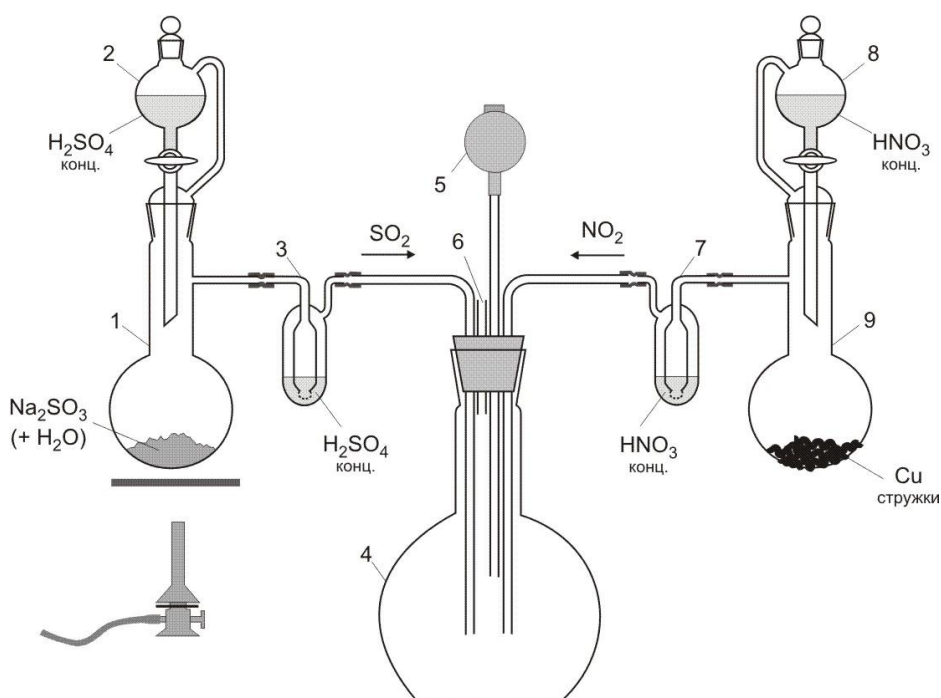


Рис. 24. Прибор для получения серной кислоты нитрозным способом.

1, 9 – колбы Вюрца; 2, 8 – капельные воронки; 3, 7 – промывалки; 4 – колба реакционная, 5 – груша, 6 – трубка.

3. Получение смеси хлоридов серы и изучение их свойств.

Хлориды серы имеют отвратительный запах и вызывают сильную аллергическую реакцию. Опыты с хлоридами серы проводите с опущенными створками тяги, стараясь не вдыхать их пары.

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 25. Расплавьте 1-2 г серы в реторте 5 и, поворачивая реторту, смочите ее внутренние стенки тонким слоем жидкой серы. Дайте сере застыть. Присоедините реторту указанным на рис. 25 способом к прибору для получения осушенного хлора. Горло реторты опустите в небольшую колбу 6, охлаждаемую водой со льдом. Слегка обогрейте реторту 5 слабым пламенем горелки (не допуская плавления серы), и одновременно пропустите через нее ток хлора. Что наблюдается? Какие хлориды серы могут содержаться в полученной жидкости?

Налейте в одну пробирку воды, а в другую 20% раствор щелочи. Добавьте в каждую из пробирок немного полученной жидкости. Что наблюдается?

Поместите в пробирку немного серы и добавьте к ней полученную жидкость. Что происходит?

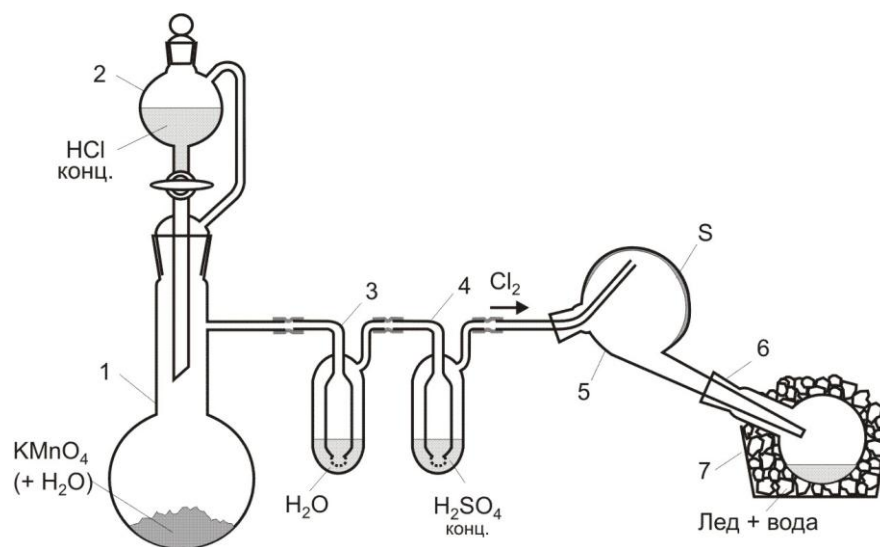


Рис. 25. Прибор для получения хлоридов серы.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 4 – промывалки, 5 – реторта, 6 – колба-приемник, 7 – баня со льдом

4. Получение и свойства хлорида сульфурила

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 26. В каждый шарик холодильника 7 поместите тонким слоем стеклянную вату, а на неё камфору (общая масса камфоры примерно 0.5 г). Приборы для получения хлора и сернистого газа присоедините к насадке 8.

Для получения хлора в колбу Вюрца 1 поместите 15 г растертого перманганата калия и смочите его небольшим количеством воды, а в капельную воронку 2 налейте концентрированную соляную кислоту. Для получения сернистого газа в колбу Вюрца 13 поместите 25 г сульфита натрия, смочите его 5 мл воды, а в капельную воронку 14 налейте концентрированную серную кислоту.

Погрузите колбу 9 полностью до самого горла в баню с охлаждающей смесью (лед с хлоридом натрия). Медленно откройте краны капельных воронок 2 и 14 и пропустите в прибор одновременно хлор и сернистый газ. В зону реакции газы должны поступать с равной скоростью. Рубашку холодильника 7 вначале оставьте без воды; после того, как в колбе 9 начнет собираться жидкий хлорид сульфурила, включите слабый ток воды.

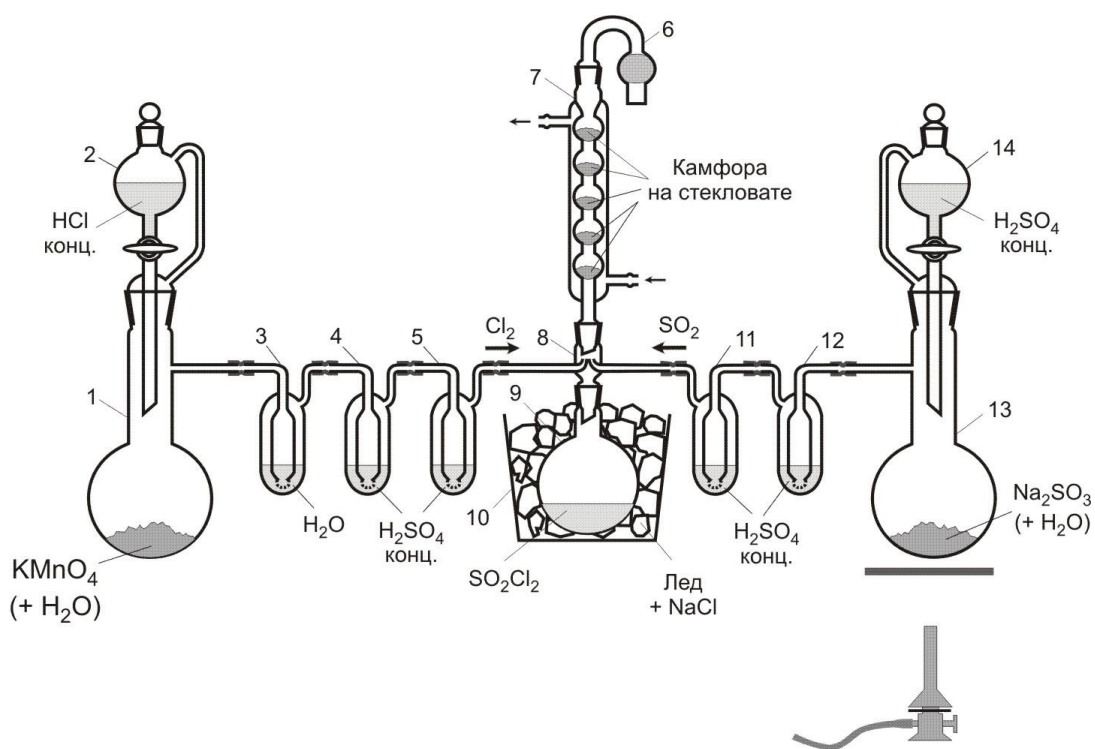


Рис. 26. Прибор для получения хлорида сульфурила.

1, 13 – колбы Вюрца; 2, 14 – капельные воронки; 3 - 5, 11, 12 – промывалки; 6 – хлоркальциевая трубка, 7 – шариковый холодильник, 8 – насадка, 9 – колба круглодонная, 10 – баня с охлаждающей смесью.

Небольшое количество хлорида сульфурила вылейте в стакан с водой (**в вытяжном шкафу! Стекло опустите!**). Что происходит? Качественными реакциями идентифицируйте продукты гидролиза хлорида сульфурила. Напишите уравнения реакций.

VII. АЗОТ

1. Получение аммиака и растворение его в воде (один опыт на подгруппу)

Аммиак раздражающе действует на дыхательные пути. Все опыты с аммиаком проводите только под тягой.

Соберите прибор, изображенный на рис. 27. Колбу Вюрца 1 заполните примерно на 1/5 ее объема гранулированным гидроксидом натрия (калия), в капельную воронку 2 налейте концентрированный раствор аммиака не более

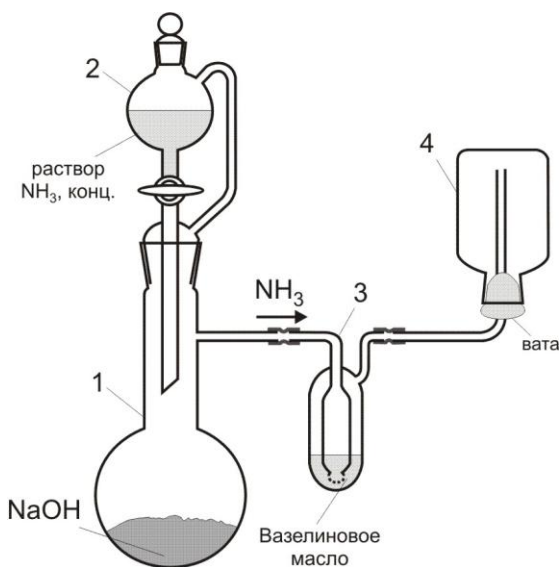


Рис. 27. Прибор для получения аммиака

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка – счетчик пузырьков, 4 – толстостенная склянка.

2/3 ее объема. **(При работе со щелочью наденьте очки!).** Медленно (по каплям) приливайте раствор аммиака к гранулированной щелочи и установите ровный ток аммиака. Заполните аммиаком толстостенную тщательно осушенную склянку емкостью 50-100 мл.

Закройте склянку резиновой пробкой с оттянутой трубкой, обращенной капилляром внутрь склянки, и опустите конец капиллярной трубки в кристаллизатор с водой, в которую добавлено несколько капель фенолфталеина.

Как установить, что склянка заполнилась аммиаком? Какое равновесие устанавливается в растворе аммиака?

2. Соли аммония (один опыт на стол)

Нитрат аммония.

В маленьком фарфоровом тигле **осторожно** прокалите несколько кристаллов нитрата аммония. Что наблюдается?

Хлорид аммония.

Поместите в фарфоровый тигель 0.2 – 0.5 г хлорида аммония и закрепите в лапке штатива над тиглем перевернутую химическую воронку. Нагрейте тигель. Что наблюдается? Рассмотрите форму возогнанных кристаллов под микроскопом.

Карбонат аммония.

Поместите 0,2 – 0,3 г карбоната аммония в фарфоровый тигель с установленной над ним перевернутой химической воронкой и нагрейте аналогично предыдущему опыту. Что наблюдается?

Напишите уравнения реакций.

3. Свойства гидразина и гидроксиламина

а) В три пробирки налейте по 5 мл дистиллированной воды и внесите в них по несколько кристаллов хлорида гидразония. Раствор в первой пробирке испытайте индикаторной бумагой. Во вторую пробирку прибавьте несколько капель иодной воды. Что наблюдается? В третью пробирку добавьте растворы сульфата меди (II) и 20% щелочи. Осторожно нагрейте содержимое пробирки. Что происходит?

б) Растворите несколько кристаллов хлорида гидроксиламина в 4-5 мл дистиллированной воды и разлейте в три пробирки. Испытайте раствор в первой пробирке индикаторной бумагой. Во вторую пробирку прилейте несколько капель иодной воды, а в третью - несколько капель подкисленного 1 М серной кислотой раствора перманганата калия. Что происходит?

в) Налейте в пробирку 3 мл фиолетового солянокислого раствора хлорида титана (III) $\text{H}_3[\text{TiCl}_6]$ и внесите в нее несколько кристаллов хлорида гидроксиламина. Как изменяется окраска раствора?

Напишите уравнения реакций.

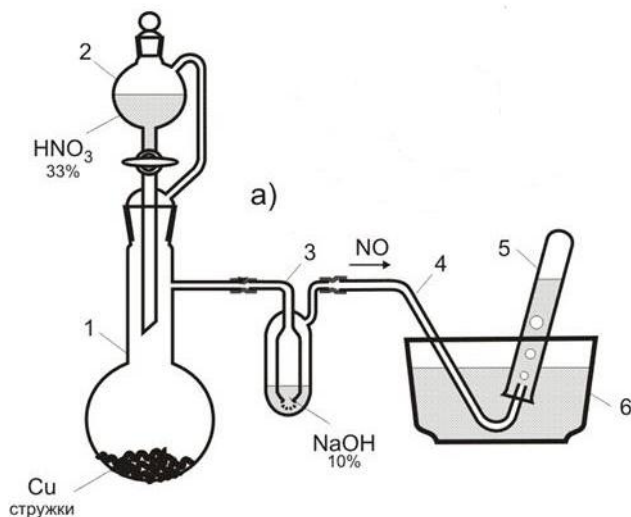
4. Получение и свойства оксидов азота (NO и NO_2) (один опыт на стол).

Оксиды азота раздражающе действуют на дыхательные пути. Кроме того, вдыхание паров оксидов азота вызывает отек легких. Работать с оксидами азота необходимо исключительно под тягой.

Получение и свойства оксида азота (II).

Соберите прибор, изображенный на рис. 28. В промывалку 3 налейте 10% раствор щелочи. Поместите в колбу Вюрца 1 емкостью 250 мл 5 г медных стружек, а в капельную воронку 2 налейте 20 - 30 мл 33% раствора азотной кислоты, не более $\frac{2}{3}$ ее объема. Медленно приоткройте кран капельной воронки и постепенно прикапывайте в колбу азотную кислоту для получения ровного тока оксида азота (II).

Соберите оксид азота (II) в пробирку под водой. Откройте пробирку. Что наблюдается?



Налейте в пробирку 3-5 мл насыщенного раствора соли Мора. Пропустите через раствор ток оксида азота (II). Как изменяется окраска раствора? Раствор подогрейте. Что наблюдается?

Напишите уравнения реакций.

Рис. 28. Прибор для получения оксида азота (II).

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – промывалка; 4 – газоотводная трубка; 5 – пробирка; 6 – кристаллизатор.

Получение и свойства оксида азота (IV).

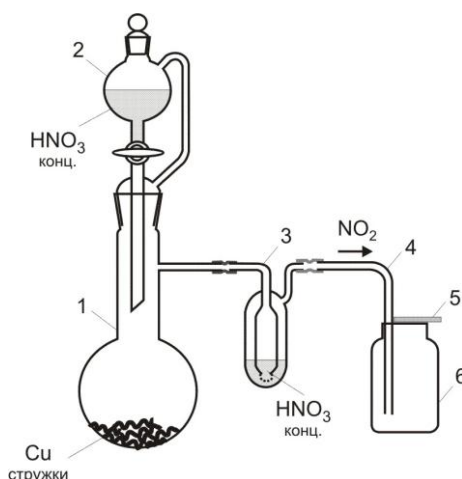


Рис. 29 Прибор для получения оксида азота (IV).

1 - колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка с азотной кислотой, 4 – газоотводная трубка. 5 – стекло, 6 – склянка.

Соберите прибор, изображенный на рис. 29. Положите в колбу Вюрца 1 1-2 г медных стружек и закройте ее пробкой с капельной воронкой 2. В капельную воронку налейте 10 - 20 мл концентрированной азотной кислоты.

Осторожно прикапывайте из капельной воронки азотную кислоту в колбу 1. Что наблюдается? Заполните оксидом азота (IV) склянку 6, прикрытую стеклом.

Внесите в баночку тлеющую лучинку. Что наблюдается?

Поместите в ложечку для сжигания 1-2 г красного фосфора. Осторожно подожгите фосфор в пламени горелки и быстро внесите в банку, заполненную оксидом азота (IV). Что происходит?

5. Получение и свойства азотистой кислоты

Растворите в пробирке 0.5 г нитрита калия в 4-5 мл дистиллированной воды, охладите раствор в бане со льдом и прибавьте к нему 2-3 мл охлажденной во льду 30% серной кислоты. Что наблюдается? Полученный голубой раствор быстро разлейте на четыре пробирки. В первую пробирку добавьте несколько капель разбавленного раствора перманганата калия, во вторую – 1-2 мл раствора бихромата калия, в третью – 1-2 мл раствора иодида калия и несколько капель крахмала, в четвертую – 1-2 мл раствора бромиды калия и 1-2 мл тетраоксида углерода. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Для расстановки коэффициентов в окислительно-восстановительных реакциях с участием азотистой кислоты используйте метод электронно-ионного баланса.

6. «Царская водка» (один опыт на подгруппу).

«Царская водка» - сильнейший окислитель. Все опыты с царской водкой проводить в очках и резиновых перчатках с опущенными створками тяги.

Смешайте в стакане 1 мл концентрированной азотной кислоты с 3 мл концентрированной соляной кислоты. Как изменяется окраска раствора при стоянии? Получите в пробирке осадок сульфида меди взаимодействием растворов сульфата меди и сульфида натрия. Полученный осадок промойте дистиллированной водой и поместите в фарфоровую чашку. Осторожно прилейте в чашку «царскую водку». Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Что происходит при смешении концентрированных азотной и соляной кислот? Почему "царская водка" является более сильным окислителем, чем азотная кислота? Напишите реакцию взаимодействия сульфида ртути с "царской водкой".

7. Термическая устойчивость нитратов

Опыт проводить под тягой. Надеть очки!

Нитрат калия.

Поместите в фарфоровый тигель 0.5 г нитрата калия и нагрейте на горелке до расплавления соли, а затем прокалите. Что наблюдается? После застывания плава охладите тигель и бросьте его в стакан с дистиллированной

водой. Добавьте полученный раствор к подкисленному 1 М серной кислотой раствору иодида калия. Что наблюдается?

Нитрат меди.

В фарфоровый тигель поместите несколько кристаллов нитрата меди (II) и сильно прокалите в пламени газовой горелки. Как изменяется цвет вещества при прокаливании? Какой газ выделяется? Напишите уравнения реакций.

Чем объясняется различный характер термического распада солей азотной кислоты?

Синтезы по теме «Азот»:

1. Получение и свойства оксида азота (III)

Оксиды азота раздражающе действуют на дыхательные пути. Кроме того, вдыхание паров оксидов азота вызывает отек легких. Работать с оксидами азота необходимо исключительно под тягой.

Соберите прибор, изображенный на рис. 30. Заполните U-образную трубку 3 оксидом фосфора (V), нанесенным на стеклянную вату, вторую пустую U-образную трубку-приемник 4 погрузите в охлаждающую смесь (лед и хлорид натрия). На дно колбы Вюрца 1 положите 1-2 г крахмала, в капельную воронку налейте 50% азотную кислоту. Выдержите предварительно приемник 4 в охлаждающей смеси 10-15 мин.

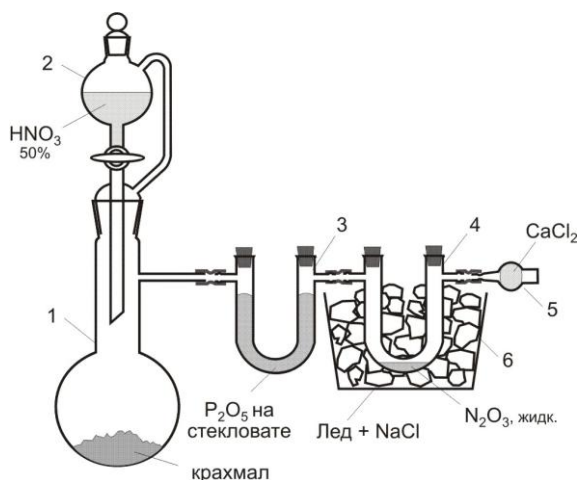


Рис. 30. Прибор для получения оксида азота (III).

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – U – образная трубка с оксидом фосфора (V) на стекловате, 4 – U-образная трубка – приемник, 5 – хлоркальциевая

Приливая по каплям азотную кислоту к крахмалу, наблюдайте за конденсацией жидкости в приемнике 4. Если реакция не происходит, осторожно подогрейте колбу с реакционной смесью. Какой цвет имеет жидкость в приемнике?

Вылейте часть жидкости из приемника в стакан с холодной дистиллированной водой и кусочками льда. Что наблюдается?

Перелейте 1-2 мл полученной жидкости в стакан и оставьте при комнатной температуре под тягой. Что происходит? Объясните наблюдаемые явления, напишите уравнения реакций.

2. Получение жидкого N_2O_4

Соберите прибор, изображенный на рис. 31. Заполните U-образную трубку 2 фосфорным ангидридом, нанесенным на стеклянную вату. В пробирку 1 поместите смесь, состоящую из 5-7 г нитрата свинца и 1-2 г сухого песка. Погрузите пустую U-образную трубку-приемник 3 в охлаждающую смесь (лед и хлорид натрия).

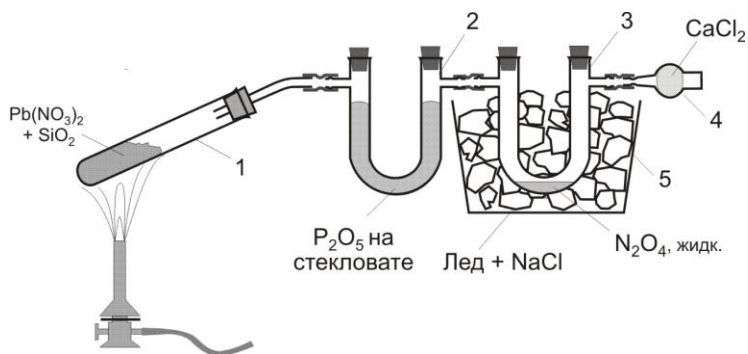


Рис. 31. Прибор для получения оксида азота (IV).

1 – пробирка из тугоплавкого стекла, 2 – U-образная трубка с оксидом фосфора (V) на стекловате, 3 – U-образная трубка-приемник, 4 – хлоркальциевая трубка, 5 – баня с охлаждающей смесью.

Нагрейте пробирку 1 с нитратом свинца. Что наблюдается? Какого цвета конденсируется жидкость в приемнике 3? Отсоедините приемник 3 от прибора и быстро вылейте полученную жидкость в пробирку с холодной дистиллированной водой и кусочками льда. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

С чем связана легкость димеризации оксида азота (IV)?

3. Получение и свойства дымящей азотной кислоты

Дымящая азотная кислота – сильнейший окислитель! Опыты проводить в очках, резиновых перчатках и при опущенных створках тяги!

Получение дымящей азотной кислоты.

Соберите прибор, изображенный на рис. 32. В реторту 1 поместите 20 г твердого нитрата натрия и прилейте 20 мл концентрированной серной кислоты. Закройте тубус реторты асбестовой пробкой 2. Баню 4 для охлаждения колбы-приемника 3 заполните льдом с водой.

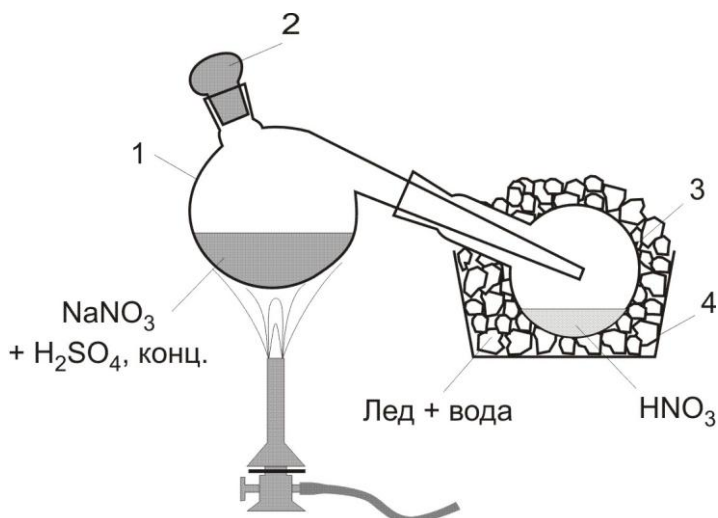


Рис. 32. Прибор для получения дымящей азотной кислоты.

1 – реторта, 2 – асбестовая пробка; 3 – колба-приемник, 4 – баня со льдом,

Осторожно нагрейте реторту в пламени горелки (не перегревайте!). **Внимание!** При образовании в реторте большого количества пены, появлении бурых паров или слишком интенсивном кипении реакционной массы немедленно прекратите нагревание и обратитесь к преподавателю! Когда в

приемнике 3 соберется 10-15 мл азотной кислоты, уберите горелку.

Свойства дымящей азотной кислоты.

Налейте в фарфоровую чашку 1-2 мл свежеприготовленной дымящей азотной кислоты. Добавьте 1-2 капли концентрированной серной кислоты и осторожно прибавьте к смеси при помощи длинной трубки или пипетки 2-3 капли скипидара (**очки, опущенные створки тяги, фарфоровая чашка с реакционной смесью расположена в глубине вытяжного шкафа!**). Что наблюдается?

Налейте в четыре пробирки по 1-2 мл кислоты и проведите следующие опыты.

Первую пробирку закрепите вертикально в лапке штатива и, подогревая кислоту, опустите в нее тлеющую лучинку. Что происходит?

Вторую пробирку с азотной кислотой нагрейте и внесите в нее кусочек шерсти. Что наблюдается?

В третью пробирку опустите кусочек серы и нагрейте кислоту до кипения. Охладите пробирку и вылейте содержимое в стакан с водой. Докажите присутствие в полученном растворе серной кислоты?

В четвертую пробирку внесите небольшое количество сульфида меди. Что происходит?

Напишите уравнения реакций.

Какого цвета пары азотной кислоты? Чем объяснить появление бурых паров в реторте? Почему для получения концентрированного раствора азотной кислоты берут сухой нитрат натрия и концентрированный раствор серной кислоты? Почему необходимо реакционную смесь нагревать, но осторожно?

VIII. ФОСФОР

1. Фосфорный ангидрид

Небольшое количество оксида фосфора (V) поместите в стеклянный стакан и оставьте стоять до конца занятия. Что происходит? Другую часть небольшими порциями внесите в большой стакан с холодной водой (**очки! в вытяжном шкафу! Возможно сильное разогревание реакционной смеси!**). Что наблюдается? Испытайте полученный раствор индикаторной бумагой. Напишите уравнение реакции.

2. Получение и свойства метафосфорной кислоты и ее солей

(один опыт на стол)

Получение метафосфорной кислоты.

Поместите в фарфоровую чашку 3 мл концентрированного раствора ортофосфорной кислоты. Нагреванием на песчаной бане упарьте ее до сиропообразной консистенции, после чего прогрейте при температуре 350°C (**контроль температуры по термометру или термопаре!**).

Свойства метафосфорной кислоты и ее солей.

Полученную метафосфорную кислоту осторожно перелейте в стакан с 10 мл дистиллированной воды. Полученный раствор метафосфорной кислоты разлейте на две пробирки. В первую пробирку добавьте 5 мл смеси 1 М растворов ацетата натрия и уксусной кислоты (в соотношении 1:1) и 1-2 мл водного раствора белка. Что происходит? Во вторую пробирку добавьте сначала 10% раствор гидроксида натрия до pH=7, а затем прибавьте несколько капель нитрата серебра. Что наблюдается?

Каково строение метафосфорной кислоты?

3. Получение и свойства пиррофосфорной кислоты и ее солей

(один опыт на стол)

Получение пиррофосфорной кислоты.

Поместите в фарфоровую чашку 3 мл концентрированной ортофосфорной кислоты. Нагреванием на песчаной бане упарьте жидкость до

сиропобразной консистенции, после чего нагрейте до 240°C (**контроль температуры по термометру или термопаре!**).

Свойства пирофосфорной кислоты и ее солей.

Полученную пирофосфорную кислоту осторожно перелейте в стакан с 10 мл дистиллированной воды. Полученный раствор пирофосфорной кислоты разлейте на две пробирки. В первую пробирку добавьте 5 мл смеси 1 М растворов ацетата натрия и уксусной кислоты (в соотношении 1:1) и 1-2 мл водного раствора белка. Что происходит? Во вторую пробирку добавьте сначала 10% раствор гидроксида натрия до $\text{pH}=7$, а затем прибавьте несколько капель нитрата серебра. Что наблюдается? Испытайте отношение выпавшего осадка к разбавленному раствору азотной кислоты. Напишите уравнения реакций.

С помощью универсального индикатора определите pH растворов $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ и $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Объясните полученные результаты.

4. Получение (способ на выбор преподавателя) ортофосфорной кислоты и свойства ее солей (один опыт на стол).

Получение ортофосфорной кислоты

1) Растворите в дистиллированной воде в стакане небольшое количество фосфорного ангидрида, добавьте несколько капель разбавленной серной кислоты и прокипятите раствор.

2) Положите в пробирку немного ортофосфата кальция, добавьте 5 мл 50% раствора серной кислоты и нагрейте смесь до кипения. Слейте раствор с осадка и разбавьте водой (**кислоту лить в воду!**).

Напишите уравнения реакций.

Свойства солей ортофосфорной кислоты

Испытайте отношение нитрата серебра к раствору гидрофосфата натрия. Отметьте цвет выделившегося осадка. Испытайте отношение осадка к 1 М раствору азотной кислоты. Растворяется ли полученное вещество в 1 М растворе азотной кислоты? Напишите уравнения реакций.

В одну пробирку налейте раствор дигидрофосфата натрия NaH_2PO_4 , в другую - гидрофосфата натрия Na_2HPO_4 , а в третью - фосфата натрия Na_3PO_4 . Определите pH раствора в каждой пробирке с помощью универсального индикатора. В каждую пробирку прилейте равный объем

концентрированного раствора хлорида кальция. Напишите уравнения реакций.

Напишите уравнения протолитических равновесий и объясните, почему получается разная среда при растворении данных солей в воде?

Поместите в один тигель небольшое количество (несколько кристаллов) Na_2HPO_4 , а в другой – такое же количество NaH_2PO_4 . Прокалите оба тигля в пламени газовой горелки. Реакцию разложения в обоих случаях необходимо довести до конца (плавление массы). Полученный продукт охладите, разотрите в ступке и растворите в воде. Используя ранее изученный качественные реакции, определите, соль какой фосфорной кислоты находится в растворе в каждом случае. Напишите уравнения реакций.

Синтез по теме «Фосфор»:

1. Получение и свойства хлоридов фосфора

Работа с красным фосфором требует повышенной аккуратности! После проведения опытов с красным фосфором посуду следует погрузить на некоторое время в 10% раствор сульфата меди, после чего вымыть обычным способом.

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 33. Во взвешенные пробирки Вюрца 9 и 11 поместите по 0,2 г сухого красного фосфора. Нижние концы трубок 8 и 10, подводящих хлор в пробирки 9 и 10, должны быть расположены на 2-3 см выше слоя фосфора.

Снимите с капельной воронки 2 пробку 3 и вытесните из прибора воздух сухим азотом или диоксидом углерода из баллона. Затем закройте капельную воронку 2 пробкой 3, приоткройте кран капельной воронки и по каплям прибавляйте концентрированную соляную кислоту к перманганату калия.

После заполнения прибора хлором осторожно подогрейте пламенем газовой горелки фосфор в пробирках 9 и 11. Что наблюдается? Регулируя нагревание и скорость подачи хлора, получите в одной пробирке Вюрца трихлорид фосфора, в другой – пентахлорид фосфора.

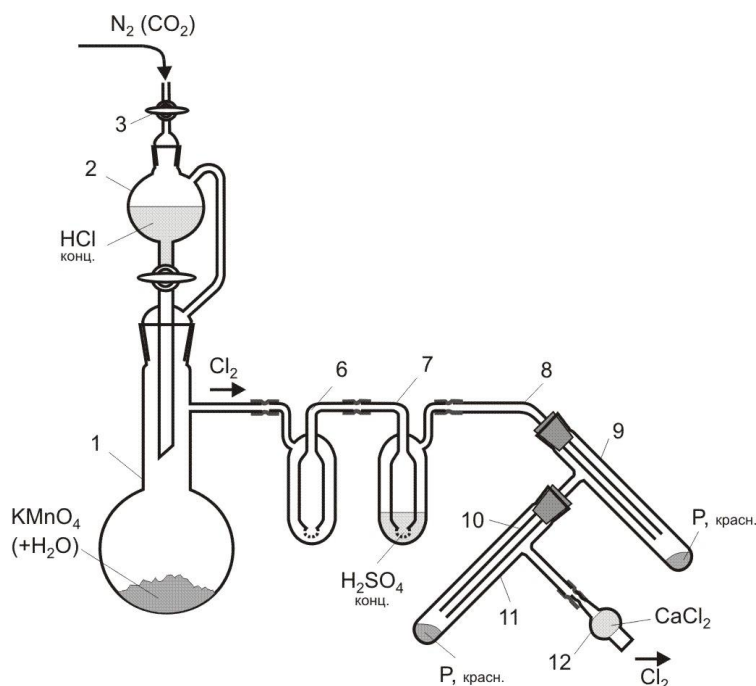


Рис. 33. Прибор для получения хлоридов фосфора (III) и (V).

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – пробка, 4, 5 – фильтры, 6 – пустая предохранительная промывалка, 7 – промывалка с серной кислотой, 8 – газоподводящая трубка, 10 – газоотводная трубка, 9, 11 – пробирки Вюрца, 12 – хлоркальциевая трубка

состав продуктов гидролиза.

б) Внесите небольшое количество полученного пентахлорида фосфора в пробирку с дистиллированной водой. Что наблюдается? Химическим путем определите состав продуктов взаимодействия пентахлорида фосфора с водой.

Как можно различить трихлорид и пентахлорид фосфора?

Если образование трихлорида фосфора произошло раньше по времени, чем пентахлорида фосфора, то вначале отсоедините пробирку с трихлоридом фосфора и продолжите опыт до завершения реакции синтеза пентахлорида фосфора в другой пробирке.

Проделайте следующие качественные реакции.

а) Налейте в пробирку 3 мл дистиллированной воды и осторожно по каплям прибавьте небольшое количество трихлорида фосфора. Что наблюдается? Химическим путем определите качественный

IX. СУРЬМА, ВИСМУТ

Сурьма

1. Свойства сурьмы (один опыт на подгруппу)

В две пробирки поместите по 0.5 г сурьмы и добавьте в первую 3 - 5 мл концентрированной азотной кислоты, а во вторую столько же и 50% раствора гидроксида калия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

2. Оксиды сурьмы (III) и (V) (один опыт на стол).

Оксид сурьмы (III).

К 10 мл раствора трихлорида сурьмы прилейте раствор карбоната натрия до слабощелочной реакции. Что наблюдается? Нагрейте реакционную смесь до удаления диоксида углерода. Дайте осадку осесть и промойте его несколько раз горячей водой путем декантации.

Полученный осадок перенесите в три пробирки. В первую пробирку добавьте 10% раствор соляной кислоты, во вторую пробирку – 10% раствор гидроксида натрия, в третью – раствор гидротартрата натрия $\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$. Напишите уравнения реакций.

Оксид сурьмы (V)

В две пробирки поместите немного оксида сурьмы (V). В первую пробирку прибавьте 10% раствор гидроксида **калия (не натрия!)**. Что наблюдается? Во вторую пробирку прилейте немного концентрированной соляной кислоты. Поднесите к пробирке полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором иодида калия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

3. Сульфиды и тиосоли сурьмы(III) и (V) (один опыт на подгруппу).

Все опыты с сульфидами проводить под тягой. Посуду после работы нейтрализовать раствором сульфата меди, а лишь затем мыть водой в раковине под тягой.

а) К 2-3 мл раствора хлорида сурьмы (III) в пробирке добавьте по каплям раствор сульфида натрия до выпадения осадка сульфида сурьмы (III). Отметьте цвет осадка. Прилейте избыток раствора сульфида натрия. Что наблюдается?

б) К небольшому количеству раствора хлорида сурьмы (III) в пробирке добавьте немного раствора полисульфида натрия, а затем его избыток. Что наблюдается?

в) К растворам полученных тиосолей сурьмы добавьте разбавленную соляную кислоту. Что происходит?

Напишите уравнения реакций.

Висмут

1. Получение и свойства висмута (один опыт на подгруппу).

Налейте в пробирку 5 мл раствора сульфата висмута и добавьте 1-2 гранулы цинка. Что наблюдается? Отделите выделившийся висмут и внесите его в две пробирки. В одну пробирку налейте 10% раствор соляной кислоты, в другую – 30 % раствор азотной кислоты. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

2. Свойства соединений висмута(III)

а) Налейте немного раствора соли висмута (III) в пробирку и сильно разбавьте дистиллированной водой. Что наблюдается?

б) К 1-2 мл раствора сульфата висмута в пробирке прилейте равный объем 10% раствора гидроксида натрия. Полученный осадок разделите на две пробирки. В одну добавьте 10% раствор азотной кислоты, в другую – 10% раствор гидроксида натрия. Что наблюдается?

3. Получение и свойства соединений висмута(V)

Осадите в пробирке гидроксид висмута (III) (аналогично предыдущему опыту) и добавьте избыток кристаллического пероксодисульфата калия. Пробирку осторожно подогрейте в пламени горелки при помощи держателя. **Внимание! Реакционная масса должна приобрести темно-бордовый (а не песочный) цвет! Если происходит интенсивное выделение газообразного кислорода, необходимо прекратить нагревание.** Полученный осадок промойте дистиллированной водой и оставьте для следующего опыта.

Приготовьте в пробирке раствор, содержащий 1-2 капли насыщенного раствора нитрата марганца, 1-2 капли концентрированного раствора азотной

кислоты, 2-3 капли дистиллированной воды. Внесите в этот раствор полученный ранее висмутат калия. Что наблюдается?

Напишите уравнение реакций, используя метод электронно-ионного баланса.

Синтезы по теме «Сурьма»:

1. Получение и свойства хлорида сурьмы(V)

Соберите прибор, изображенный на рис. 34. В реактор 7 поместите 4-5 г измельченной металлической сурьмы. Пробирку-приемник 8 охладите в бане со льдом и водой. Пропустите через прибор ток сухого хлора. Что наблюдается? При необходимости можно слегка обогреть пламенем горелки реактор с сурьмой 7.

Отсоедините пробирку Вюрца 8 с веществом и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Вылейте немного полученной жидкости в стакан с водой (тяга! очки!). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

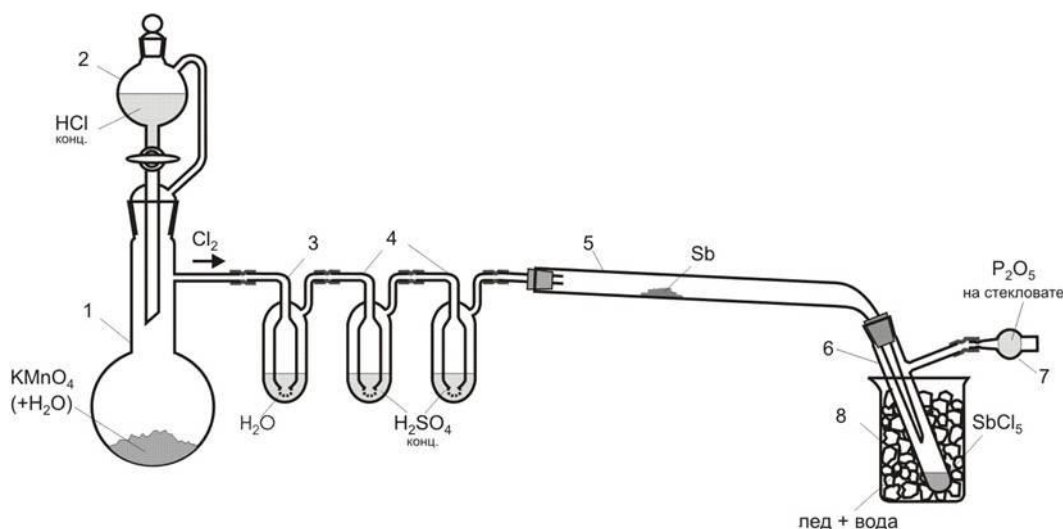


Рис. 34. Прибор для получения пентахлорида сурьмы.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка с водой, 4 – промывалки с серной кислотой, 5 – реактор, 6 – пробирка Вюрца-приемник, 7 – хлоркальциевая трубка, 8 – баня со льдом и водой

2. Получение трииодида сурьмы

Соберите прибор, изображенный на рис. 35. В колбу 1 поместите 0.2-0.3 г тонкоизмельченной сурьмы и иод с недостатком 10% от стехиометрического количества. Прилейте 50 мл сухого тетрахлорида

углерода. Нагрейте реакционную смесь в колбе 1 газовой горелкой через асбестовую сетку. Синтез ведите при слабом кипении растворителя примерно в течение 1.5-2 час до исчезновения малиновой и появления оранжево-желтой окраски раствора, свидетельствующей об окончании реакции. Возможно образование кристаллов на стенках колбы. После завершения взаимодействия оставьте раствор охлаждаться не разбирая прибора.

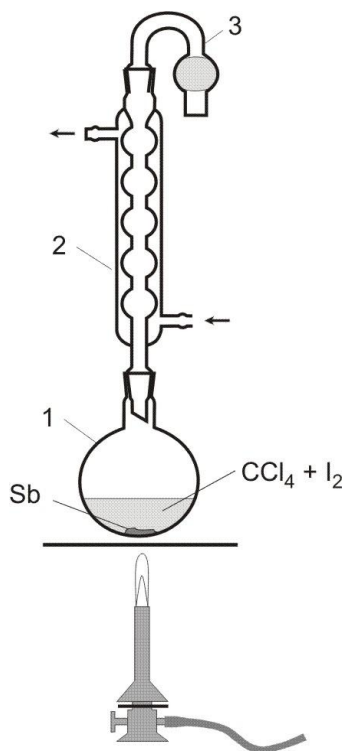


Рис. 35. Прибор для получения SbI_3 .

1 – колба круглодонная,
2 – шариковый
холодильник, 3 –
хлоркальциевая трубка.

Для извлечения из колбы прилипших к стенкам колбы кристаллов и отделения их от остатков непрореагировавшей сурьмы разберите прибор и перенесите колбу 1 в вытяжной шкаф. Нагрейте раствор в колбе почти до кипения и декантируйте в стакан. Стакан с раствором охладите в бане со льдом. При охлаждении выпадают кристаллы трииодида сурьмы. Повторите вышеописанную процедуру еще раз. Растворы объедините. Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Промойте осадок на фильтре 5 мл сухого, охлажденного во льду тетрахлорида углерода. Вещество высушите на воздухе, перенесите во взвешенный бюкс, взвесьте и рассчитайте выход относительного взятого количества сурьмы.

К небольшой части препарата в пробирке добавьте несколько капель дистиллированной воды и нагрейте. Что происходит? Как меняется цвет осадка? Определите pH раствора. К части раствора над осадком добавьте 1-2 капли раствора нитрата серебра. Отметьте цвет выпавшего осадка. Напишите уравнения реакций.

3. Сурьмянистый водород (стибин)

Опыт повышенной опасности! Проводить в маске и только в присутствии преподавателя!

Соберите прибор, изображенный на рис. 36, со стеклянной оттянутой трубкой 4 длиной 10 – 15 см и внутренним диаметром около 1 см.

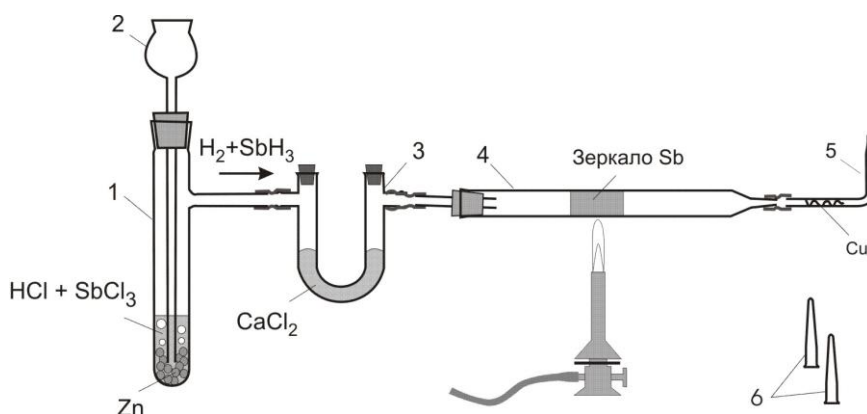


Рис. 36. Прибор для получения стибина.

1 – пробирка Вюрца, 2 – воронка, 3 – U-образная трубка с хлоридом кальция, 4 – тугоплавкая стеклянная трубка, 5 – газоотводная трубка, 6 – пробирки для проверки водорода на чистоту.

В пробирку Вюрца 1 поместите гранулированный цинк (~1/5 объема пробирки) и через воронку 2 прилейте немного 20% раствора серной кислоты и проверьте водород на чистоту (**в присутствии преподавателя, надеть очки!**). После того как из прибора будет вытеснен весь воздух и проба водорода будет сгорать в пробирке 6 без свистящего звука, подожгите (**лучинкой, в присутствии преподавателя**) водород на выходе из газоотводной трубки 5 и нагрейте тугоплавкую стеклянную трубку 4 прибора в пламени горелки.

Добавьте в пробирку Вюрца 1 через воронку 2 немного раствора хлорида сурьмы. Обратите внимание на цвет пламени. Регулируя температуру нагрева стеклянной трубки 4 и скорость подачи водорода, постарайтесь получить ровное блестящее сурьмяное зеркало на внутренней трубки 4. После завершения опыта разберите прибор и обработайте образовавшееся зеркало раствором гипохлорита натрия или белильной извести. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

С какой целью проводятся два параллельных опыта – с добавлением соли сурьмы и без нее? Зачем «сурьмяное зеркало» обрабатывают раствором белильной извести или гипохлорита натрия?

Х. УГЛЕРОД, КРЕМНИЙ

Углерод

1. Оксид углерода(IV) (один опыт на подгруппу)

Наполните из баллона три сухие склянки емкостью 100 – 200 мл диоксидом углерода и закройте каждую из них покровным стеклом. Склянки открывайте непосредственно перед проведением опыты.

1) «Вылейте» содержимое одной из склянок на слабое пламя газовой горелки. Что наблюдается?

2) Во вторую склянку при помощи пинцета или щипцов быстро внесите ленту горящего магния. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

3) В третью склянку осторожно внесите ложечку с зажженным на воздухе красным фосфором (**опыт выполняйте в вытяжном шкафу!**). Что происходит? Объясните наблюдаемые явления.

Пропустите ток диоксида углерода через дистиллированную воду в течение 3-5 мин и определите pH раствора универсальной индикаторной бумагой.

Какие процессы происходят при взаимодействии диоксида углерода с водой? Какие ионы присутствуют в полученном растворе? Напишите уравнения реакций.

2. Соли угольной кислоты

а) Налейте в пробирку 2-3 мл раствора гидроксида кальция и пропустите через него ток диоксида углерода в течение нескольких минут. Что происходит? Какие реакции протекают в растворе? Нагрейте полученный раствор. Что наблюдается?

б) Испытайте отношение карбонатов различных металлов к нагреванию. Для этого прокалите в тиглях следующие соли: основной карбонат меди $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$, карбонат натрия Na_2CO_3 , гидрокарбонат натрия NaHCO_3 . Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Какая соль гидролизуетесь сильнее: карбонат или гидрокарбонат натрия? Почему?

3. Оксид углерода(II) (один опыт на подгруппу)

Оксид углерода (II) – сильный яд без цвета и запаха! Опыты проводите только в вытяжном шкафу. При появлении признаков отравления (головокружение, тошнота, головная боль) пострадавшего немедленно вывести на свежий воздух. Оксид углерода (II) горюч и в смеси с кислородом или воздухом взрывоопасен! Наденьте очки или маску!

Соберите прибор, изображенный на рис. 37. В колбу Вюрца 1 емкостью 100 мл налейте 30 мл концентрированного раствора серной кислоты, в капельную воронку 2 - 15 мл муравьиной кислоты, в первую промывалку 3 - небольшое количество вазелинового масла (счетчик пузырьков), вторую промывалку 4 оставьте пустой.

В среднюю часть трубки из тугоплавкого стекла 5 поместите 0,2 г оксида меди (II). В кристаллизатор 11 налейте воду. Осторожно нагрейте колбу с серной кислотой до 60°C и по каплям добавляйте к ней муравьиную кислоту.

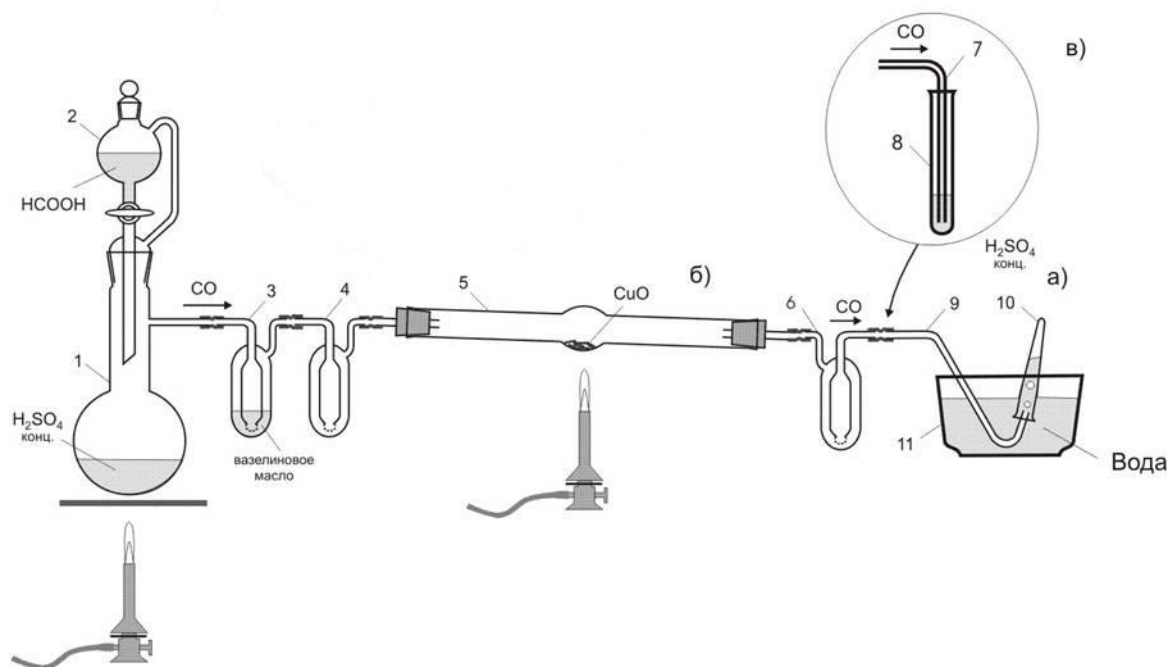


Рис. 37. Прибор для получения оксида углерода (II) и изучения его свойств.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 4, 6 – промывалки, 5 – трубка реакционная, 7, 9 – газоотводные трубки, 8, 10 – пробирки, 11 – кристаллизатор, 12 – баня песчаная.

Выделяющийся газ соберите под водой в небольшую пробирку и проверьте его на отсутствие примеси кислорода (**в присутствии преподавателя**). Убедившись в чистоте монооксида углерода нагрейте пламенем горелки в токе монооксида углерода ту часть трубки, где лежит оксид меди. Что наблюдается?

После завершения восстановления оксида меди охладите реакционную трубку в токе оксида углерода (II) до комнатной температуры и замените газоотводную трубку 9 на трубку 7. Испытайте действие выходящего газа на известковую воду. Что наблюдается? Пропустите монооксид углерода через аммиачный раствор нитрата серебра. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Кремний

1. Гидролиз соединений кремния

Гидролиз силиката натрия

С помощью индикаторной бумаги определите pH раствора силиката натрия. Разлейте раствор силиката натрия в три пробирки. В первую пробирку прилейте 1 М соляную кислоту. Что происходит? Во вторую пробирку добавьте немного раствора хлорида аммония. Содержимое пробирки хорошо перемешайте. Каков состав выпавшего осадка? Через раствор в третьей пробирке пропустите ток диоксида углерода. Что наблюдается?

Напишите уравнения всех реакции.

Получение "неорганического сада"

Поместите кристаллы солей кобальта, железа (II), алюминия, хрома, никеля, меди и кальция на дно прозрачного стакана и осторожно прилейте 30-50 мл раствора "жидкого стекла". Что наблюдается? Кристаллы солей можно дополнительно добавлять в раствор сверху.

Объясните образование «неорганического сада» в растворе «жидкого стекла».

Синтезы по теме «Кремний»:

1. Получение кристаллического кремния и его свойства

Опыт проводите с опущенными створками тяги только под наблюдением преподавателя! Наденьте защитные очки или маску!

Получение кремния.

Разотрите в фарфоровой ступке смесь 2 г свежеприготовленных алюминиевых опилок и 1.8 г предварительно прокаленного кварцевого песка. Добавьте 2.5 г порошка серы, перемешайте и поместите в железный тигель. В качестве зажигательной смеси используйте 2-3 г смеси порошка магния и пероксида бария, взятых в весовом соотношении 1:9 (**зажигательную смесь ни в коем случае нельзя растирать в ступке!**).

Сделайте в центре смеси небольшое углубление и вставьте в его центр длинную ленту магния, очищенную мелкой наждачной бумагой. Свободный конец магниевой ленты должен находиться за пределами тигля, не касаясь его. Затем в углубление насыпьте 2-3 г зажигательной смеси.

Поставьте тигель в песчаную баню в вытяжном шкафу таким образом, чтобы он примерно на 1/3 был погружен в песок. Опустите створки вытяжного шкафа, осторожно подожгите магниевую ленту горячей лучиной, вставленной в стеклянную трубку длиной 50-80 см и отойдите подальше. **Опыт проводите только в присутствии преподавателя! Наденьте защитные очки или маску! Запрещается заглядывать в тигель, если реакция сразу не началась!**

После завершения бурной экзотермической реакции, переходящей в спокойное горение серы, закройте тигель крышкой (**не наклоняясь над тиглем!**). Когда тигель остынет, извлеките его содержимое. Получившийся кремний отделите от остальных продуктов реакции дроблением спёка. **Продукты реакции содержат сульфид алюминия, поэтому их нельзя выбрасывать в ведра для мусора!** Кусочки, содержащие кремний, осторожно высыпьте небольшими порциями в стакан с 24% раствором соляной кислоты (**в вытяжном шкафу! наденьте защитные очки или маску!**). Что наблюдается? После завершения реакции отделите примеси оксидов кремния и алюминия взмучиванием и промыванием в воде. Кремний промойте водой и высушите на воздухе. Напишите уравнения всех реакций.

Свойства кремния.

а) К небольшому количеству кремния в пробирке осторожно прилейте 20% раствор гидроксида натрия. Что происходит?

б) Прodelайте аналогичный опыт с кремнием и концентрированной азотной кислотой.

2. Получение силицида магния и силанов

Опыт проводите в вытяжном шкафу! Наденьте защитную маску или очки! Опыт сопровождается выделением самовоспламеняющихся продуктов!

Смешайте 1.0 г тонкоизмельченного в чугунной ступке кварцевого песка с полутонным, относительно рассчитанного по уравнению реакции, количеством порошкообразного магния. Смесь высыпьте в пробирку из жаропрочного стекла, закрепленную наклонно в лапке штатива над листом железа или асбеста. Прогрейте пробирку по всей длине, а затем сильно накалите ее дно. Что наблюдается?

После завершения реакции и охлаждения вещества до комнатной температуры разбейте пробирку. Полученное вещество небольшими порциями внесите в стакан с 20 мл 20% раствора соляной кислоты. **Осторожно, наденьте защитные очки и опустите створки вытяжного шкафа!** Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Сравните устойчивость на воздухе силанов и соответствующих углеводов.

3. Тетрахлорид кремния и его свойства

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 38. Реактор 5 установите с небольшим наклоном в сторону приемника 8. Все части прибора должны быть тщательно высушены. В колбу Вюрца 1 поместите 20 г измельченного перманганата калия и смочите его небольшим количеством воды, в капельную воронку 2 налейте 30 мл концентрированной соляной кислоты.

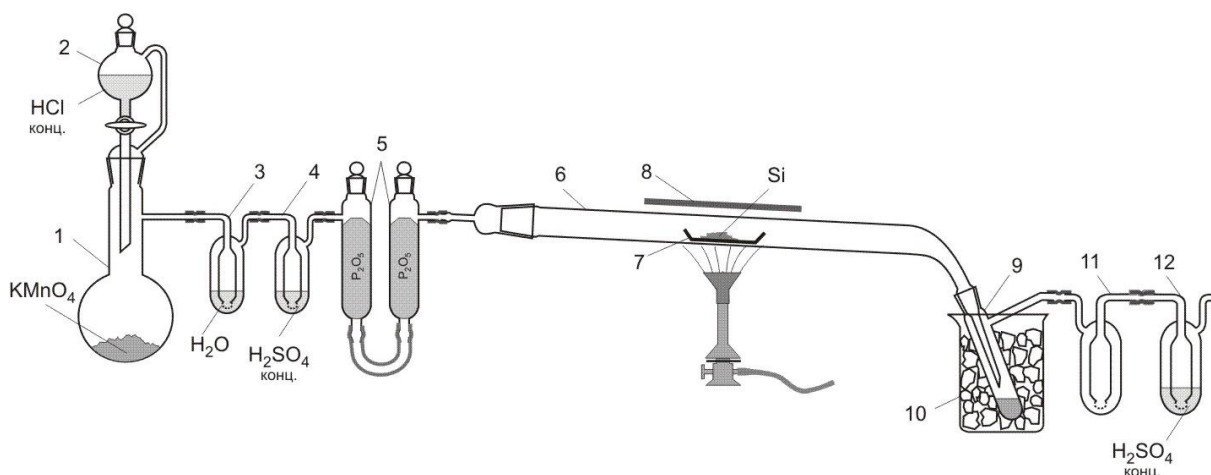


Рис. 38. Прибор для получения тетрахлорида кремния.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка с водой, 4, 12 – промывалки с H_2SO_4 , конц., 5 – осушительные колонки, 6 – реактор, 7 – лодочка, 8 – асбестовый экран («домик»), 9 – пробирка Вюрца-приемник, 10 – баня с охлаждающей смесью, 11 – предохранительная промывалка.

В фарфоровой ступке мелко измельчите 1 г кристаллического кремния, пересыпьте в лодочку 6 (фарфоровую или кварцевую) и поместите в реактор 5. Вытесните воздух из прибора током сухого хлора. Не прекращая пропускать хлор, нагрейте реактор горелкой с насадкой «ласточкин хвост» в том месте, где находится лодочка, поместив над зоной нагрева экран из листа асбеста («домик»). Ток хлора отрегулируйте по скорости пробулькивания через промывалку 12 (1-2 пузырька в сек). Жидкий тетрахлорид кремния собирается в приемник-пробирку Вюрца 9, охлаждаемый смесью льда с хлоридом натрия. После окончания выделения тетрахлорида кремния выключите горелку и охладите реактор 5 в токе хлора.

Полученное вещество внесите по каплям в небольшое количество воды (в вытяжном шкафу!). Что наблюдается? Определите pH раствора. Каковы продукты гидролиза тетрахлорида кремния? Напишите уравнения реакций.

XI. ОЛОВО, СВИНЕЦ

Олово

1. Получение и свойства олова (*один опыт на подгруппу*)

В раствор хлорида олова (II) опустите пластинку металлического цинка. Что происходит? Напишите уравнение реакции.

Поместите по 1 грануле металлического олова в 4 пробирки, в первую добавьте 30% раствор азотной кислоты, во вторую – 10% серную кислоту, в третью – 10% соляную кислоту, в четвертую – 10% щелочь. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

2. Соединения олова (*один опыт на стол*)

Гидроксид олова (II).

Налейте в пробирку 1-2 мл раствора хлорида олова (II) и по каплям прилейте 1 М раствор гидроксида натрия до полноты осаждения гидроксида олова (II). Напишите уравнение реакции.

Получение и свойства гидроксостанната (II) натрия

К раствору хлорида олова (II) в пробирке прилейте избыток 10% раствора гидроксида натрия до растворения первоначально выпавшего осадка. Полученный раствор гидроксостанната натрия разлейте на две пробирки. Раствор в первой пробирке нагрейте в пламени горелки. Что наблюдается? К раствору во второй пробирке добавьте свежесосажденный гидроксид висмута (III) (см. опыт «Свойства соединений висмута (III)»). Что происходит? Напишите уравнения реакций и объясните наблюдаемые явления.

Свойства хлорида олова (II).

Налейте в 2 пробирки по 1-2 мл раствора хлорида олова (II). В первую пробирку прилейте немного хлорной воды. Как меняется цвет раствора? Во вторую пробирку добавьте немного водного раствора сернистого газа. Что наблюдается?

Получение и свойства α -оловянной кислоты.

К водному раствору хлорида олова (IV) в пробирке прилейте 10% раствор аммиака до полного выпадения осадка. Полученный осадок отделите путем декантации. Осадок поместите в две пробирки, в первую прилейте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – 10% раствор гидроксида натрия. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Получение и свойства β -оловянной кислоты.

Обработайте 0,5 г олова концентрированным раствором азотной кислоты в пробирке при нагревании (**в вытяжном шкафу! очки!**). Что наблюдается? Тщательно промойте полученный осадок водой путем декантации. Осадок поместите в две пробирки, в первую прилейте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – 10% раствор гидроксида натрия. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Чем отличаются α - и β -оловянные кислоты?

Сульфиды и тиосоли олова.

Все опыты с сульфидами проводить под тягой. Посуду после работы нейтрализовать раствором сульфата меди, а лишь затем мыть водой в раковине под тягой.

К растворам хлорида олова (II) и хлорида олова (IV) в отдельных пробирках прилейте по каплям раствор сульфида натрия. Что происходит? Отметьте цвет осадков. Напишите уравнения реакций.

Осадок сульфида олова (II) поместите в две пробирки. В первую прилейте избыток раствора сульфида натрия, во вторую – раствор полисульфида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Прodelайте аналогичные опыты с осадком сульфида олова (IV). Сравните полученные результаты. Напишите уравнения реакций.

Свинец

Соединения свинца ядовиты, поэтому после проведения опытов с ними необходимо тщательно вымыть руки теплой водой с мылом. Не допускать попадания соединений свинца в рот и на кожу!

1. Получение и свойства свинца (один опыт на подгруппу)

Налейте в пробирку раствор нитрата свинца и опустите в него гранулу цинка. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Поместите по одной грануле металлического свинца в 4 пробирки. В первую прилейте 10% раствор соляной кислоты, во вторую – 10% раствор азотной кислоты, в третью – 10% раствор уксусной кислоты, в четвертую – 10% раствор гидроксида натрия. Объясните происходящие явления и напишите уравнения реакций.

2. Оксиды и гидроксиды свинца (один опыт на стол).

Свойства оксидов свинца.

а) Возьмите три пробирки. В одну из них поместите небольшое количество оксида свинца (II), во вторую - оксида свинца (IV), в третью - сурика. В каждую пробирку налейте 3-5 мл концентрированной соляной кислоты (**В вытяжном шкафу! Газ не вдыхать!**). Перемешайте содержимое пробирок и нагрейте. Что наблюдается? Какой газ выделяется?

б) К порошку оксида свинца (II) в пробирке прилейте 10% раствор щелочи. Что происходит? Проведите аналогичный опыт с оксидом свинца (IV).

в) В насыщенный раствор нитрата марганца, подкисленный 10% раствором азотной кислоты, внесите 0.5 г оксида свинца (IV) и нагрейте. Дайте осадку отстояться. Что наблюдается?

Какой состав имеют глёт, массикот, оксид свинца (IV) и сурик? В каких условиях они образуются? Какое строение они имеют? Какие степени окисления имеет свинец в этих оксидах?

Гидроксид свинца (II).

К 1-2 мл раствора нитрата свинца в пробирке прилейте 1-2 мл 10% раствора гидроксида натрия. Полученный осадок поместите в две пробирки, в первую прилейте 10% раствор азотной кислоты. Во вторую - насыщенный раствор гидроксида натрия. Что наблюдается?

3. Соли свинца и их свойства

Иодид свинца

В пробирку с 1-2 мл раствора ацетата свинца, подкисленного уксусной кислотой, прилейте 1-2 мл раствора иодида калия. Что наблюдается? Перелейте часть раствора с осадком (около 1 мл) в стакан, добавьте 10-15 мл воды и нагрейте. Какой цвет полученного раствора? Оставьте стакан с раствором медленно охлаждаться на воздухе и наблюдайте за выпадением

кристаллов («золотой дождь»). Объясните наблюдаемые явления. Рассмотрите форму кристаллов под микроскопом.

Сульфид свинца

Все опыты с сульфидами проводить под тягой. Посуду после работы нейтрализовать раствором сульфата меди, а лишь затем мыть водой в раковине под тягой.

Получите в пробирке осадок сульфида свинца взаимодействием растворов нитрата свинца и сульфида натрия. Осадок разделите на две пробирки, в одну прилейте 1 М, а в другую – концентрированный раствор азотной кислоты. Сравните полученные результаты.

Синтезы по теме «Олово. Свинец»:

1. Получение крупнокристаллического олова

Налейте в стакан концентрированный раствор хлорида олова (II), подкисленный соляной кислотой, и осторожно (пипеткой) прилейте дистиллированную воду таким образом, чтобы образовались два слоя (можно изменить последовательность сливания растворов). Погрузите в стакан оловянную пластинку, часть ее должна выступать из слоя раствора хлорида олова и находиться в слое воды. Оставьте стоять на несколько часов. Что наблюдается? Объясните наблюдаемое явление.

2. Получение и свойства оксида олова(II)

К 10 мл раствора хлорида олова (II) в стакане прилейте водный раствор аммиака до полного осаждения гидроксида олова (II), слейте маточный раствор, промойте осадок декантацией, отфильтруйте и высушите в сушильном шкафу при 70 - 80°C. Соберите прибор, изображенный на рис. 39. Сухой гидроксид олова (II) в фарфоровой лодочке 3 поместите в тугоплавкую трубку 2. Током сухого азота или углекислого газа из баллона вытесните воздух из прибора и, постепенно обогревая трубку пламенем газовой горелки, прокалите гидроксид олова (II) до полного удаления водяных паров. Когда вещество обезвоживается, остудите его в токе инертного газа, после чего выньте лодочку, извлеките продукт и рассчитайте его выход продукта. Напишите уравнения реакций.

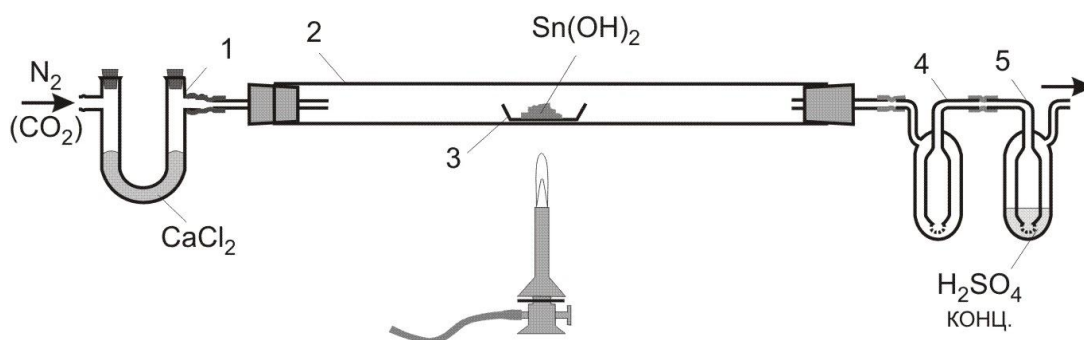


Рис. 39. Прибор для получения оксида олова (II).

1 – U-образная трубка с хлоридом кальция, 2 – трубка реакционная, 3 – лодочка с веществом, 4, 5 – промывалки.

3. Получение и свойства тетрахлорида олова

Соберите прибор, изображенный на рис. 40. Пробирки Вюрца 6 и 8 предварительно тщательно просушите. В большую пробирку Вюрца 6 поместите 4 - 5 г металлического олова.

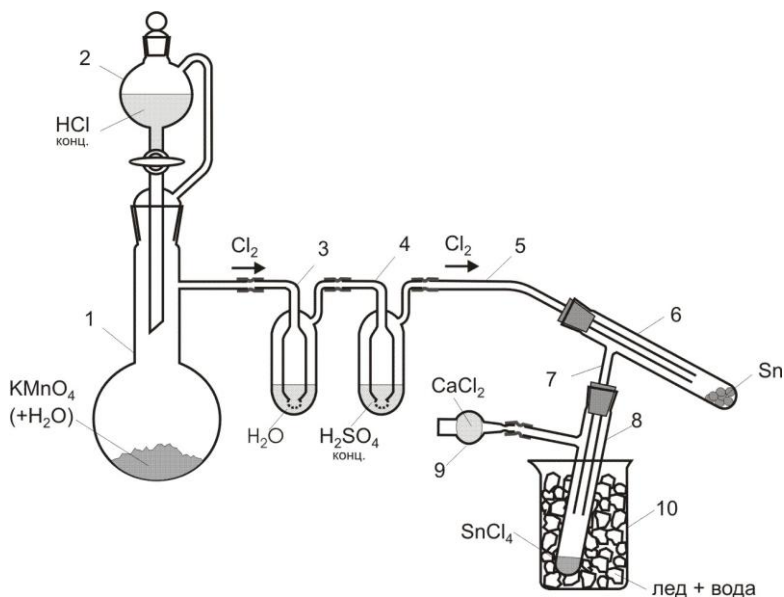


Рис. 40. Прибор для получения тетрахлорида олова.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – промывалка с водой, 4 – промывалка с серной кислотой, 5 – газоподводящая трубка, 6, 8 – пробирки Вюрца, 7 – газоотводная трубка, 9 - хлоркальциевая трубка, 10 – баня со льдом и водой.

Пропустите через прибор ток сухого хлора. Когда пробирка Вюрца 8 заполнится хлором, слегка подогрейте ее. Что наблюдается? Образовавшийся

тетрахлорид олова слабым пламенем горелки осторожно перегоните в пробирку Вюрца 8, охлаждаемую в бане со льдом и водой 10.

Вылейте немного полученной жидкости в стакан с водой (**очки! створки тяги опустить!**). Что наблюдается? Напишите уравнения реакций. **Полученный продукт используйте для двух следующих синтезов.**

Чем обусловлена окраска полученного хлорида олова (IV)? Как можно его очистить?

4. Гексахлорооловянная кислота

Быстро прилейте хлорид олова (IV) в стакан с концентрированной соляной кислотой из расчета 28 массовых частей хлороводорода на 100 массовых частей хлорида олова. Полученный раствор охладите в бане со льдом и пропускайте в него ток сухого хлороводорода (рис. 17) до прекращения поглощения газа.

К полученному раствору гексахлорооловянной кислоты прилейте раствор хлорида калия, подкисленный соляной кислотой. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

5. Гексахлоростаннат (IV) аммония

Приготовьте в стакане 60% раствор хлорида олова (IV) в концентрированной соляной кислоте и прилейте к нему теплый насыщенный раствор, содержащий эквимольное количество хлорида аммония. Охладите раствор смесью льда с хлоридом натрия и отфильтруйте выпавший кристаллический осадок на воронке Бюхнера. Осадок промойте на фильтре минимальным количеством охлажденной до 0°C концентрированной соляной кислоты. Высушите соединение на воздухе, затем перенесите в заранее взвешенный бюкс, взвесьте и рассчитайте выход в процентах по отношению к взятому количеству тетрахлорида олова.

6. Получение и свойства гексахлороплюмбата аммония

Соберите в вытяжном шкафу прибор, изображенный на рис. 41. Газоподводящая трубка должна доходить почти до дна реактора. Поместите 15 г растертого перманганата калия в колбу Вюрца 1 и смочите его небольшим количеством воды, а в капельную воронку 2 налейте концентрированную соляную кислоту. Промывалки 3 и 5 заполните водой.

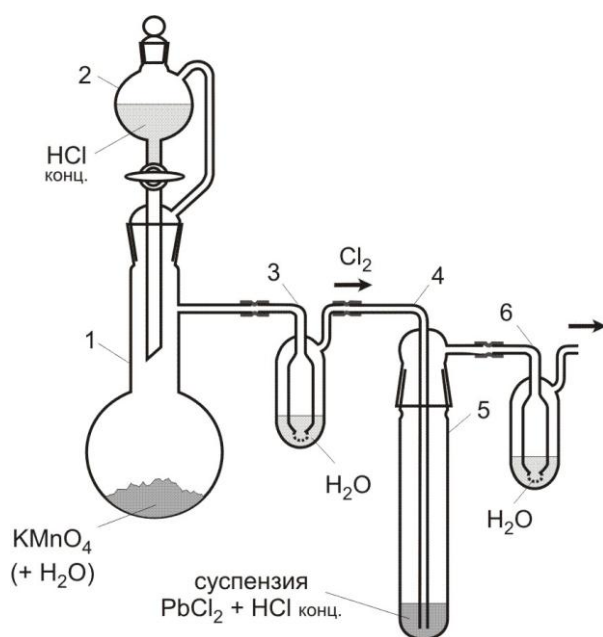


Рис. 41. Прибор для получения гексахлороплатата аммония.

1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3, 6 – промывалки, 4 – газоподводящая трубка, 5 – реактор.

Разотрите в фарфоровой ступке 2.5 г хлорида свинца (II) в 5 мл концентрированной соляной кислоты **(в вытяжном шкафу!)**. Образовавшуюся суспензию слейте в реактор 4. Оставшийся в ступке осадок вновь разотрите в 5 мл концентрированной соляной кислоты, полученную смесь также перенесите в реактор 4.

Осторожно приоткройте кран капельной воронки 2 и, приливая по каплям соляную кислоту к перманганату калия, пропускайте ток хлора через реактор 4 до приобретения раствором характерной желтой окраски и полного растворения осадка хлорида свинца (II). Полученный раствор перенесите в химический стакан.

Приготовьте раствор 2.0 г хлорида аммония в 20 мл воды и прилейте к содержимому стакана. Стакан с полученным раствором охладите до 0°C в бане со льдом. Если кристаллы сразу не выпадают, потрите стеклянной палочкой о стенки стакана. Выпавшие желтые кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера, промойте двумя порциями по 5 мл охлажденного до 0°C этанола и высушите на фильтре при включенном насосе. Перенесите вещество в бюкс и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах.

Небольшое количество кристаллов поместите в пробирку с дистиллированной водой и добавьте несколько капель 1 М раствора гидроксида натрия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Небольшое количество кристаллов поместите в пробирку, охладите ее в бане со льдом и осторожно прилейте 1-2 мл также охлажденной в бане со льдом концентрированной серной кислоты. Что получается?

Напишите уравнения реакций.

7. Получение и свойства тетраиодида олова

Соберите прибор, изображенный на рис. 35 (см. синтез трииодида сурьмы). Поместите в круглодонную колбу 1 1 г нарезанного олова и свежевозогнанный иод, взятый с 10% недостатком от стехиометрического количества. Прилейте 50 мл сухого тетрахлорида углерода.

Нагрейте до кипения реакционную смесь в круглодонной колбе 1 газовой горелкой через асбестовую сетку. Нагревание смеси ведите в течение 1.5-2 час до окончания взаимодействия, следя за тем, чтобы кипение растворителя не было очень бурным. Завершение реакции характеризуется исчезновением малиновой и появлением коричнево-оранжевой окраски раствора. Оставьте раствор охлаждаться, не разбирая прибора.

После охлаждения раствора разберите прибор и перенесите колбу 1 в вытяжной шкаф. Нагрейте раствор в колбе почти до кипения (не кипятите!) и декантируйте в фарфоровую чашку. Раствор в чашке оставьте в вытяжном шкафу до полного испарения тетрахлорида углерода. Сухое вещество перенесите в бюкс, определите его массу и рассчитайте выход в процентах относительно взятого количества олова.

К небольшой части препарата в пробирке добавьте несколько капель воды и нагрейте. Что происходит? Как меняется цвет осадка? Определите pH раствора. К части раствора над осадком добавьте 1-2 капли раствора нитрата серебра. Отметьте цвет выпавшего осадка. Напишите уравнения реакций.

XII. БОР

1. Окрашенные перлы буры

Нагрейте в ушке нихромовой или платиновой проволоки (**проволоку предварительно прокалите!**) небольшое количество буры в пламени горелки (**очки!**). После прекращения выделения воды слегка охладите полученный плав и смочите его раствором соли кобальта. Вновь нагрейте массу до плавления в пламени горелки. Какую окраску приобрело вещество после охлаждения? Прodelайте аналогичный опыт с растворами солей меди и хрома (III). После каждого опыта промывайте проволочку в 20% соляной кислоте и прокаливайте ее без буры. Напишите уравнения реакций.

2. Эфиры борной кислоты

Для опыта использовать прибор для получения водорода (рис. 15). В пробирку поместить 2 г борной кислоты, 3 мл этилового спирта и 2-3 капли концентрированной серной кислоты. Закрyть пробирку пробкой с газоотводной трубкой и нагреть при помощи стакана с теплой водой. Когда в пробирке будет заметно кипение жидкости, осторожно поднести лучинку к выходу газоотводной трубки. Что происходит? Обратите внимание на цвет и температуру пламени.

Синтезы по теме «Бор»:

1. Получение и свойства борной кислоты

Получение борной кислоты.

Растворите при нагревании в стакане 6 г буры в 13 мл воды. Отмерьте рассчитанное количество 25% раствора соляной кислоты, необходимого для получения борной кислоты, возьмите 10% избыток кислоты и прилейте ее к горячему раствору буры. Дайте раствору медленно остыть. Выделившиеся кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера. Рассмотрите кристаллы под микроскопом и зарисуйте их форму. Определите выход продукта.

Свойства борной кислоты.

а) Приготовьте 2-3 мл насыщенного раствора борной кислоты и определите pH раствора при помощи универсального индикатора.

б) Небольшое количество борной кислоты поместите на железную пластину и нагрейте пламенем газовой горелки. Что происходит при нагревании борной кислоты? Когда масса начнет «вспучиваться», прикоснитесь к ней стеклянной палочкой и потяните. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

2. Пероксоборат натрия

Работа с раствором пероксида водорода производится в защитных очках и перчатках! Не допускайте попадания раствора H_2O_2 на открытые участки кожи.

Приготовьте в одном стакане раствор 4.8 г буры и 1 г гидроксида натрия в 10 мл дистиллированной воды, а в другом - раствор 5.6 мл 30% пероксида водорода в 28 мл дистиллированной воды. Оба стакана охладите в бане со льдом. Возьмите стакан с раствором пероксида водорода и медленно прилейте его к раствору буры. **Процесс образования пероксобората экзотермический! Не допускайте повышения температуры раствора выше 50°C . Во время приливания раствора H_2O_2 раствор буры не выносите из бани со льдом!** Полученный раствор охладите смесью «лед-хлорид натрия» при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. **Пероксоборат натрия часто образует пересыщенные растворы и выпадает в осадок лишь через некоторое время.** Выпавшие кристаллы отделите от раствора на воронке Бюхнера, промойте холодной водой, спиртом и эфиром (по 5 мл), высушите на воздухе и взвесьте. Рассчитайте выход в процентах. Напишите уравнение реакции.

Небольшое количество полученной соли растворите в 2-3 мл холодной дистиллированной воды, добавьте немного 1 М раствора серной кислоты и прилейте по каплям раствор иодида калия. Объясните наблюдаемые явления, напишите уравнения реакций.