

НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ФАКУЛЬТЕТ ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК
КАФЕДРА ОБЩЕЙ ХИМИИ

**ПРАКТИКУМ
ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

**ЧАСТЬ II
ХИМИЯ НЕПЕРЕХОДНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ**

Методическое пособие
(издание второе, исправленное и дополненное)

Новосибирск
2014

Настоящее методическое пособие предназначено для студентов первого курса ФЕН НГУ специальности «Химия» и является продолжением практикума по неорганической химии: «Часть I: Физико-химические основы неорганической химии». Оно соответствует учебной программе курса «Неорганическая химия» и ставит своей целью систематическое изучение свойств химических элементов главных подгрупп (непереходных элементов) и их соединений, а также – освоение студентами современных приемов лабораторного эксперимента.

Авторы благодарят всех преподавателей и сотрудников Кафедры общей химии ФЕН НГУ, в особенности к.х.н., доцента М.Ф. Могилевкину за ценные советы и замечания по содержанию и оформлению практикума.

Авторы:

к.х.н., доцент М.А. Ильин,
д.х.н., профессор Л.Ф. Крылова,
к.х.н., доцент Г.И. Шамовская



*Коллектив Кафедры общей химии ФЕН НГУ
выражает искреннюю признательность
Институту неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
за содействие в издании пособия*

© НИУ НГУ, 2014

© М.А. Ильин, Л.Ф. Крылова, Г.И. Шамовская

Оглавление

Глава 1. Элементы 17 группы (галогены)	6
1.1. Свойства соединений галогенов.....	6
1.1.1. Простые вещества	6
1.1.2. Галогеноводороды	11
1.1.3. Иодноватая кислота	14
1.2. Синтезы соединений галогенов	14
1.2.1. Хлорид железа(III)	14
1.2.2. Хлорат калия	17
1.2.3. Иодат калия	20
1.2.4. Метапериодат калия	23
1.2.5. Дихлороиодат(I) цезия	26
1.2.6. Дигидрат тетрахлороиодата(III) калия (способ 1).....	28
1.2.7. Дигидрат тетрахлороиодата(III) калия (способ 2).....	29
Глава 2. Элементы 16 группы (халькогены).....	31
2.1. Кислород	31
2.1.1. Молекулярный кислород.....	31
2.1.2. Пероксид водорода	31
2.2. Сера, селен	32
2.2.1. Сера (простое вещество).....	32
2.2.2. Водородные соединения серы	32
2.2.3. Кислородсодержащие соединения S(IV) и Se(IV).....	35
2.2.4. Серная кислота	38
2.2.5. Соли кислот состава $H_2S_2O_n$	39
2.3. Синтезы соединений серы	40
2.3.1. Клатрат гидрохинона с диоксидом серы	40
2.3.2. Пентагидрат тиосульфата натрия	43
2.3.3. Пероксодисульфат калия	45
2.3.4. Хлорид тионила.....	48

Глава 3. Элементы 15 группы	51
3.1. Азот	51
3.1.1. Водородные соединения азота	51
3.1.2. Кислородсодержащие соединения азота	54
3.2. Фосфор.....	59
3.2.1. Кислородсодержащие соединения фосфора(V)	59
3.3. Сурьма и висмут	60
3.3.1. Металлические сурьма и висмут	60
3.3.2. Соединения сурьмы(III) и висмута(III)	60
3.3.3. Соединения сурьмы(V) и висмута(V)	62
3.4. Синтезы соединений азота и сурьмы	63
3.4.1. Жидкий аммиак	63
3.4.2. Нитрид магния (способ 1)	66
3.4.3. Нитрид магния (способ 2)	67
3.4.4. Сульфат гидразиния	69
3.4.5. Дымящая азотная кислота.....	72
3.4.6. Гидросульфат нитрозила.....	75
3.4.7. Триодид сурьмы	77
Глава 4. Элементы 14 группы	80
4.1. Углерод.....	80
4.1.1. Кислородсодержащие соединения углерода	80
4.2. Кремний.....	82
4.2.1. Простое вещество	82
4.2.2. Кремниевая кислота и ее соли	82
4.3. Олово.....	83
4.3.1. Металлическое олово	83
4.3.2. Соединения олова.....	83
4.4. Свинец	85
4.4.1. Металлический свинец	85
4.4.2. Соединения свинца.....	85

4.5. Синтезы соединений олова и свинца.....	88
4.5.1. Гексахлоростаннат(IV) аммония.....	88
4.5.2. Гексахлороплюмбат(IV) аммония.....	90
Глава 5. Элементы 13 группы	94
5.1. Бор	94
5.1.1. Простое вещество.....	94
5.1.2. Борные кислоты и их соли	94
5.2. Алюминий	95
5.2.1. Металлический алюминий.....	95
5.2.2. Соединения алюминия	98
5.3. Синтезы соединений бора и алюминия	99
5.3.1. Трифтороамминбор	99
5.3.2. Ацетилацетонат алюминия.....	101

Глава 1. Элементы 17 группы (галогены)

1.1. Свойства соединений галогенов

Все опыты с галогенами проводят в вытяжном шкафу с полужакрытыми шторками! Реакционные сосуды, в которых проводились реакции с галогенами, прежде чем вынести из-под тяги, ополаскивают 2-3 раза водой и выливают промывные воды в раковину в вытяжном шкафу!

Все галогены вызывают раздражение слизистых оболочек (кашель, слезоотделение и т.д.), при вдыхании больших количеств возможны удушье и поражения дыхательных путей и легких. При отравлении пострадавшего выводят на свежий воздух до полного исчезновения симптомов отравления. В случае тяжелого отравления до прибытия врача необходимо обеспечить покой и свежий воздух.

Попадание жидкого брома на кожу приводит к образованию труднозаживающих язв. Работать с жидким бромом можно только в защитных очках и перчатках.

1.1.1. Простые вещества

Хлор

Получение хлора

Для получения хлора собрать установку, изображенную на рис. 1. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~30 г перманганата калия и смочить его ~10 мл воды. В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту не более $\frac{2}{3}$ объема воронки. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой.

В склянку Дрекселя 3 налить такое количество дистиллированной воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а склянку Дрекселя 4 - такой же объем концентрированной серной кислоты.

Каково назначение воды и серной кислоты в склянках Дрекселя?

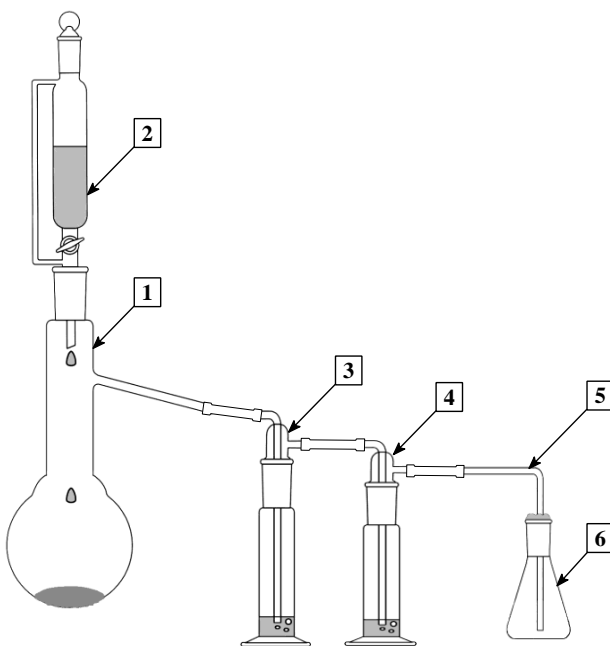


Рис. 1. Установка для получения хлора

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3, 4 – склянки Дрекселя; 5 – газоотводная трубка; 6 – коническая колба

К склянке Дрекселя *4* с помощью резинового шланга присоединить газоотводную трубку *5*, изогнутую под прямым углом.

Для получения равномерного тока хлора медленно приоткрыть кран капельной воронки и добавлять по каплям концентрированную соляную кислоту к перманганату калия. Скорость образования хлора установить по скорости выделения пузырьков газа в склянках Дрекселя (рекомендуется 1-2 пузырька в секунду).

Поочередно наполнить газообразным хлором две конические колбы *6* объемом 250 мл. Во время заполнения хлором отверстие колбы прикрыть ватой.

Пока колбы заполняются сухим хлором, подготовить все, что необходимо для проведения опытов по изучению свойств хлора.

После того, как обе колбы будут заполнены хлором, закрыть их пробками и сохранить собранный газ для проведения опытов по изучению взаимодействия хлора с металлами.

Написать уравнение реакции получения хлора.

Свойства хлора

1. Взаимодействие хлора с неметаллами

Растворить небольшое количество (1-2 кристаллика) иода в 1-2 мл тетрахлорида углерода и пропустить в раствор ток газообразного хлора в течение 1-2 мин. *Как изменяется окраска раствора? Какие продукты последовательно образуются в проведенном опыте? Написать уравнения реакций.*

2. Образование гидрата хлора $8\text{Cl}_2 \cdot 46\text{H}_2\text{O}$

Заменить газоотводную трубку 5 в установке для получения хлора (рис. 1). В пробирку налить ~2 мл воды и поместить пробирку в небольшой кристаллизатор с охлаждающей смесью (лед и хлорид натрия). Пропускать через воду в пробирке ток хлора до образования желтоватых кристаллов гидрата $8\text{Cl}_2 \cdot 46\text{H}_2\text{O}$. *К какому типу соединений относится полученный Вами гидрат хлора? Каково строение таких соединений?*

Далее пробирку с кристаллами оставить на некоторое время при комнатной температуре. *Что происходит в пробирке при повышении температуры до комнатной? Какие процессы происходят при растворении хлора в воде (приведите уравнения реакций)?*

Хлор, который продолжает выделяться использовать для насыщения хлорной воды.

3. Взаимодействие хлора с металлами

а) На листок фильтровальной бумаги поместить немного (на кончике шпателя) порошка металлической сурьмы. Открыть одну из колб, наполненную сухим хлором, и внести в нее сурьму. *Что происходит? Какие продукты могли при этом образоваться? Написать уравнения реакций.*

б) Взять пинцетом медную проволоку (диаметром 2-3 мм), нагреть ее в пламени спиртовки и быстро внести во вторую колбу,

наполненную сухим хлором. *Что наблюдается? Какого цвета налет, образующийся на стенках и дне колбы? Написать уравнение реакции.*

После охлаждения колбы до комнатной температуры налить в нее немного воды. *Какой цвет имеет образовавшийся раствор? Объяснить наблюдаемые изменения.*

Свойства хлорной воды

1. В одну пробирку налить ~1 мл раствора бромида натрия или калия, во вторую – столько же раствора иодида натрия или калия. В обе пробирки добавить 2-3 капли хлорной воды и небольшое количество (слой ~5 мм) не смешивающегося с водой органического растворителя (тетрахлорид углерода, толуол или хлороформ). Закрывать обе пробирки пробками и энергично встряхнуть. После расслоения жидкостей *отметить окраску водного и органического слоя* в каждой пробирке. *Написать уравнения реакций.*

2. В пробирку с 1-2 мл хлорной воды поместить кусочек окрашенной ткани и периодически перемешивать содержимое в течение 1-2 мин. *Что происходит с тканью через некоторое время? Можно ли измерить рН хлорной воды универсальной индикаторной бумагой? Ответ обосновать. Как его все же можно измерить?*

Бром

1. В сухую пробирку осторожно налить с помощью пипетки (*использовать перчатки!*) 3-4 капли жидкого брома и поместить в небольшой кристаллизатор с охлаждающей смесью (лед и хлорид натрия), температура которой не должна превышать -10°C . *Что происходит с жидким бромом? Каково справочное значение температуры плавления брома?*

2. Налить в пробирку ~1 мл бромной воды и добавить по каплям при перемешивании раствор гидроксида натрия до исчезновения первоначальной окраски.

Затем к полученному раствору добавить по каплям ~1 мл раствора серной кислоты. *Что наблюдается?*

Написать уравнения реакций.

3. Налить в пробирку ~1 мл бромной воды, добавить по каплям равный объем раствора иодида калия или натрия и небольшое количество (слой ~5 мм) не смешивающегося с водой органического растворителя (тетрахлорид углерода, толуол или хлороформ). Закрыть пробирку пробкой и энергично встряхнуть. После расслоения жидкостей *отметить окраску водного и органического слоя* в пробирке. *Написать уравнение реакции.*

Иод

Получение иода

В фарфоровом тигле 1 (рис. 2) смешать по ~0,5 г оксида марганца(IV) и иодида калия. Перемешать содержимое тигля стеклянной палочкой, поместить тигель в фарфоровый треугольник 2, укрепленный на кольце штатива 3, и добавить 3-4 капли концентрированной серной кислоты. Закрыть тигель круглодонной колбой 4, наполненной холодной водой (*внешние стенки колбы должны быть сухими*). Колбу закрепить в лапке штатива 5. Нагреть содержимое тигля в течение 3-4 мин в пламени спиртовки 6. Осторожно снять колбу с тигля.

Что образовалось на внешней стороне дна колбы? Написать уравнение реакции.

Полученные кристаллы иода осторожно собрать на заранее взвешенную чашку Петри.

Рассчитать выход полученного иода.

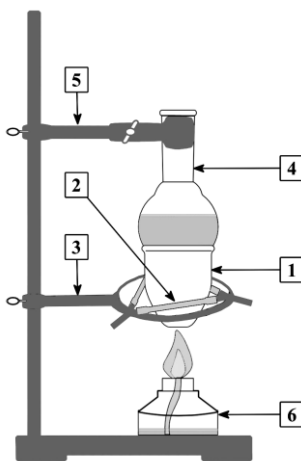


Рис. 2. Установка для получения иода
1 – тигель; 2 – треугольник;
3 – кольцо; 4 – круглодонная колба;
5 – лапка; 6 – спиртовка

Свойства иода

1. В две пробирки налить по 1-2 мл воды, внести в каждую 1-2 кристалла иода и тщательно перемешать. Одну пробирку оставить для сравнения, а в другую добавить немного (на кончике шпателя) твердого иодида калия и перемешать раствор. *Отметить наблюдаемые отличия. Какова растворимость иода в воде? В какой форме иод находится в водном растворе? Образованием каких веществ объясняется увеличение растворимости иода в растворе иодида калия? Написать уравнение реакции, поясняющее Ваш ответ.*

2. В две пробирки налить по ~1 мл иодной воды. В первую пробирку налить равный объем хлорной воды, во вторую – столько же раствора сульфида натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций. Какие свойства проявляет иод в этих реакциях?*

3. Налить в пробирку ~1 мл дистиллированной воды, добавить 1-2 капли иодной воды, а затем – немного раствора крахмала. *Что происходит? Образованием какого соединения обусловлено появление темно-синего окрашивания? К какому типу соединений относится образовавшееся темно-синее вещество?*

1.1.2. Галогеноводороды

Получение хлороводорода

Для получения хлороводорода собрать установку, изображенную на рис. 3 (а). В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~15 г хлорида натрия и смочить его ~5 мл концентрированной соляной кислоты. В капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту не более $\frac{2}{3}$ объема воронки. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой. В склянку Дрекселя 3 налить такое количество концентрированной серной кислоты, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см. *Каково назначение серной кислоты?*

Осторожно приоткрыть кран капельной воронки и медленно добавлять концентрированную серную кислоту к хлориду натрия. Заполнить сухим газообразным хлороводородом коническую колбу 5

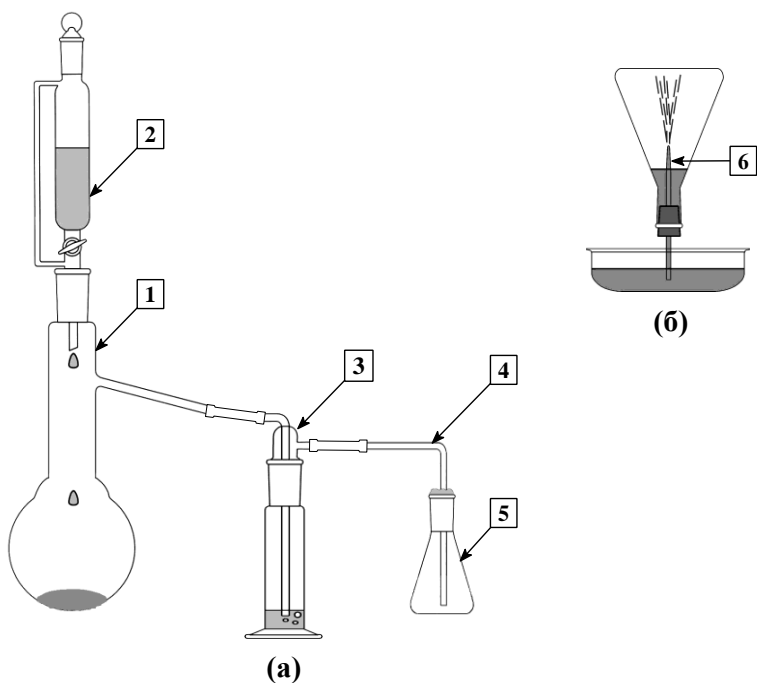


Рис. 3. Установка для получения хлороводорода (а) и демонстрация его растворения в воде (б)

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекслея;
 4 – газоотводная трубка; 5 – коническая колба;
 б – трубка с оттянутым концом

объемом 250 мл. Во время заполнения хлороводородом отверстие колбы прикрыть ватой.

После того, как колба будет полностью заполнена хлороводородом (*как это можно проверить?*), закрыть ее резиновой пробкой со вставленной сухой оттянутой стеклянной трубкой б, обращенной капилляром внутрь колбы. На широкий конец стеклянной трубки надеть резиновый шланг с зажимом. Сохранить собранный HCl для проведения опыта «Фонтан».

Написать уравнение проведенной реакции.

Растворение хлороводорода в воде ("Фонтан")

С широкого конца стеклянной трубки б снять резиновый шланг с зажимом, с помощью резиновой груши в трубку б поместить ~1 мл воды (для ускорения появления фонтана в колбе с хлороводородом), дождаться пока вода попадет из трубки б внутрь колбы и тотчас закрыть трубку б пальцем.

Колбу перевернуть вверх дном, опустив трубку в кристаллизатор с водой (рис. 3 (б)), и убрать под водой палец. Через некоторое время в колбе появляется фонтан. После окончания поступления воды в колбу извлечь ее из кристаллизатора, закрыть пробкой и перемешать содержащийся в колбе раствор.

С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученной соляной кислоты на полоску индикаторной бумаги и *оценить рН*.

Какова растворимость хлороводорода в воде при 20 °С?

Взаимодействие бромидов и иодидов с серной кислотой

Для идентификации газообразных продуктов, выделяющихся при взаимодействии концентрированной серной кислоты с твердыми галогенидами щелочных металлов, подготовить по две полоски фильтровальной бумаги, смоченные **а)** раствором перманганата калия, подкисленного разбавленной серной кислотой, **б)** раствором нитрата или ацетата свинца(II).

В две пробирки поместить немного (на кончике шпателя) твердых галогенидов натрия или калия: в первую – бромида, во вторую – иодида. В каждую из пробирок добавить с помощью пипетки ~1 мл концентрированной серной кислоты. Поочередно поднося к отверстию каждой из пробирок подготовленные полоски фильтровальной бумаги, смоченные перманганатом калия и солью свинца, *отметить изменения их цвета*.

Сравнить полученные результаты и сделать выводы о составе газообразных продуктов реакции. Написать уравнения реакций.

Как в лаборатории получают бромоводород и иодоводород? Написать уравнения реакций.

1.1.3. Иодноватая кислота

1. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) твердой иодноватой кислоты и прилить ~1 мл воды. Добавить к полученному раствору ~1 мл раствора иодида калия. *Что происходит? Написать уравнение реакции.*

2. Приготовить ~1 мл раствора иодноватой кислоты и добавить по каплям немного раствора сульфита натрия. После появления окраски раствора добавить избыток раствора сульфита натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения всех проведенных реакций.*

3. Поместить в пробирку немного твердой иодноватой кислоты и нагреть ее в пламени спиртовки до прекращения выделения фиолетовых паров. *Какие продукты постадийно образуются при нагревании иодноватой кислоты? Написать уравнения реакций.*

1.2. Синтезы соединений галогенов

1.2.1. Хлорид железа(III)

Получение хлорида железа(III), $FeCl_3$

Собрать в вытяжном шкафу установку, изображенную на рис. 4. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~20 г перманганата калия и смочить небольшим количеством воды (7-8 мл). В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту не более $\frac{2}{3}$ объема. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой. В склянку Дрекселя 3 налить такое количество дистиллированной воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а склянку Дрекселя 4 - такой же объем концентрированной серной кислоты. В начало сухой реакционной трубки 6 из тугоплавкого стекла поместить лодочку 5, содержащую ~0,5 г металлического железа, взвешенного с точностью $\pm 0,01$ г. Реакционную трубку закрыть газоотводной трубкой 7, изогнутой под прямым углом и повернутой открытым концом вверх.

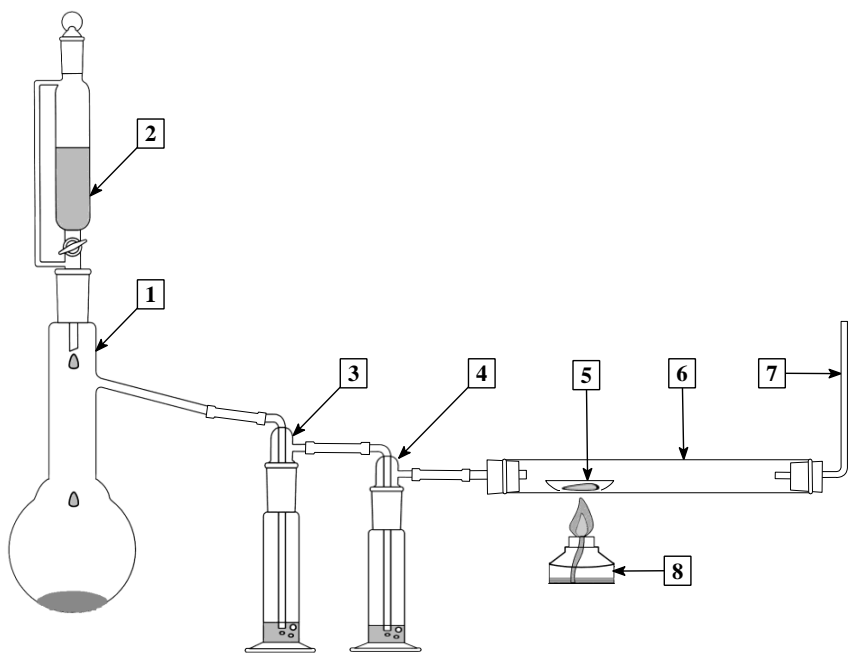


Рис. 4. Установка для получения FeCl_3

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3, 4 – склянки Дрекселя;
5 – лодочка; 6 – реакционная трубка; 7 – газоотводная трубка; 8 – спиртовка

По каплям добавлять концентрированную соляную кислоту к перманганату калия. Через собранную установку пропустить равномерный ток высушенного хлора (скорость пропускания пузырьков через склянки Дрекселя должна быть 1-2 пузырька в секунду) в течение ~5 мин для вытеснения воздуха и заполнения установки хлором.

Не прекращая подачу хлора, равномерно нагреть в пламени спиртовки 8 то место реакционной трубки, где находится лодочка с железом. Наблюдать появление бурого дыма хлорида железа(III). Отрегулировать ток хлора так, чтобы железо непрерывно реагировало с хлором, а хлорид железа(III) конденсировался на холодных стенках реакционной трубки 6 и не уносился из прибора через газоотводную трубку 7. При сильном разогревании железа убрать спиртовку.

По окончании реакции охладить реакционную трубку в токе хлора. Отсоединить трубку от склянок Дрекселя, извлечь лодочку, быстро перенести хлорид железа(III) в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход хлорида железа(III).

Общая характеристика полученного вещества

Хлорид железа(III) – красно-коричневое (в проходящем свете) или темно-зеленое (в отраженном свете) вещество. Температура плавления 306 °С. При нагревании выше 250 °С в вакууме пары содержат димеры Fe_2Cl_6 . Хорошо растворим в воде, этиловом спирте, диэтиловом эфире, ацетоне; малорастворим в бензоле. На воздухе безводная соль переходит в желто-коричневый гексагидрат.

Изучение некоторых свойств хлорида железа(III)

1. Проверить, что происходит с полученным веществом на воздухе. Для этого поместить немного полученного препарата на часовое стекло и оставить на 10-15 мин. *Отметить изменения и написать уравнение реакции.*

2. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного хлорида железа(III) растворить в 4-5 мл воды и оценить с помощью универсальной индикаторной бумаги рН полученного раствора. *Объяснить наблюдаемое явление и написать уравнение реакции.*

3. Полученный раствор хлорида железа(III) разделить на две части. К раствору в первой пробирке добавить несколько капель раствора нитрата серебра, во вторую пробирку – такой же объем раствора роданида калия или аммония. *Отметить наблюдаемые изменения и написать уравнения соответствующих реакций.*

Литературные источники

1. Голубенко А.Н., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 4. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1994. С. 22.

2. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 97.

1.2.2. Хлорат калия (Бертолетова соль)

Получение хлората калия, $KClO_3$

Внимание! Помните, что при работе с электрическим током необходима большая осторожность! Не прикасайтесь к оголенным контактам и проводам!

Собрать установку для электролиза, изображенную на рис. 5. Корпус электролизера 1 закрепить на большом кольце 2, электролитическую ячейку 3 закрепить на этом же штативе с помощью лапки 4. Графитовый электрод 5, платиновый электрод 6 и термометр 7 закрепить в пробке 8 из пенополиэтилена. На графитовый электрод 5 надеть чехол 9 из стеклоткани.

Приготовить 80 мл 25 %-ного раствора хлорида калия. Довести рН раствора до ~ 10 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), добавляя по каплям 2 %-ный раствор гидроксида калия. Полученный раствор налить в электролитическую ячейку 3. Пространство между корпусом электролизера 1 и ячейкой 3 заполнить горячей водой (температура $\sim 70^\circ\text{C}$). Опустить электроды в раствор и подключить их к источнику постоянного тока 10. Графитовый электрод присоединить к отрицательному полюсу, а платиновый – к положительному. *Не путать! Ошибка в определении полярности при подключении ведет к необратимому разрушению графитового электрода и загрязнению раствора!*

Медленно вращая ручку источника 10, установить силу тока, протекающего через раствор, 8-9 А. Отметить по вольтметру напряжение на электродах. Следить за тем, чтобы температура раствора внутри ячейки поддерживалась в интервале $60-80^\circ\text{C}$. Если температура превысила 80°C , добавить кусочки льда в пространство между ячейкой и корпусом электролизера. Избыток воды сливать в стакан 11 через кран в нижней части корпуса электролизера.

Электролиз проводить в течение ~ 2 ч, затем осторожно отключить электрический ток и извлечь электроды. Раствор с продуктами электролиза перелить в стакан, накрыть его часовым стеклом и подогреть до полного растворения хлората калия.

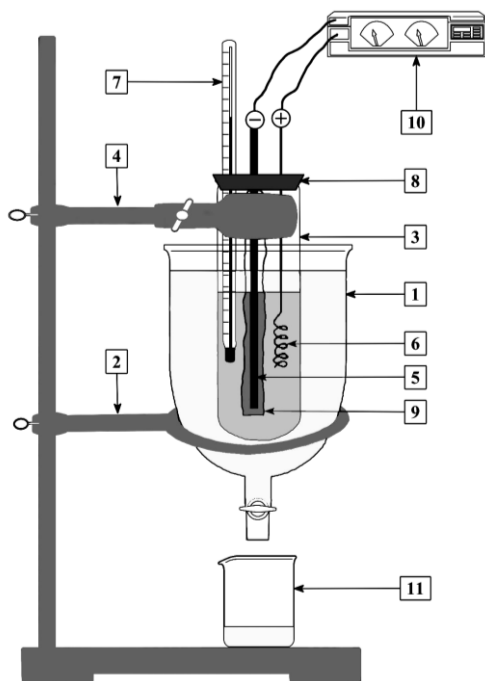


Рис. 5. Установка для получения хлората калия

- 1 – корпус электролизера; 2 – кольцо;
 3 – электролитическая ячейка; 4 – лапка;
 5 – графитовый электрод; 6 – платиновый электрод;
 7 – термометр; 8 – пробка; 9 – чехол из стеклоткани;
 10 – источник постоянного тока; 11 – стакан

Горячий раствор быстро профильтровать на стеклянном пористом фильтре (16 пор), перенести фильтрат в стакан и охладить в бане со льдом до $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Выпавшие кристаллы отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (16 пор), промыть тремя порциями по 5 мл этилового спирта и высушить на фильтре током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин). Перенести вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции электролиза хлорида калия.

Общая характеристика полученного вещества

Хлорат калия (бертолетова соль) – белое кристаллическое вещество, устойчивое на воздухе. Растворяется в воде (7,3 г в 100 г воды при 20 °С; 37,6 г – при 80 °С), нерастворим в этиловом спирте. Кристаллогидратов не образует. Температура плавления 357 °С, около 400 °С разлагается.

Определение содержания $KClO_3$ в полученном препарате

Точную навеску ~2 г полученного препарата поместить в мерную колбу объемом 100 мл, довести объем раствора до метки водой и тщательно перемешать. С помощью пипетки Мора отобрать аликвоту объемом 10 мл и перенести ее в коническую колбу объемом 250 мл. К раствору в конической колбе добавить ~0,4 г иодида калия и ~10 мл концентрированной соляной кислоты. Колбу накрыть часовым стеклом и оставить на 5-10 мин. Образовавшийся иод оттитровать 0,05 М раствором тиосульфата натрия, приготовленного из фиксанала, до бледно-желтой окраски раствора. Затем добавить в раствор ~1 мл 1 %-ного раствора крахмала и дотитровать до исчезновения синего окрашивания раствора. Титрование повторить еще два-три раза.

Написать уравнения реакций. Рассчитать по результатам титрования среднюю молярную концентрацию $KClO_3$ в приготовленном Вами растворе. Вычислить содержание твердого хлората калия в полученном при электролизе препарате.

Рассчитать выход хлората калия в % относительно теоретического выхода по току.

Изучение некоторых свойств хлората калия

1. Небольшое количество вещества (на кончике шпателя) растворить в ~1 мл воды. К полученному раствору добавить равный объем раствора сульфида натрия и несколько капель разбавленной серной кислоты. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. Подготовить полоску фильтровальной бумаги, смоченную 1-2 каплями раствора иодида калия. Небольшое количество вещества поместить в пробирку и добавить концентрированную соляную

кислоту (при необходимости слегка подогреть). Поднести к пробирке подготовленную ранее полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором KI. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Изучить термическую устойчивость хлората калия. Для этого поместить немного твердой соли в фарфоровый тигель и осторожно нагреть в пламени спиртовки. Охладить тигель до комнатной температуры. Твердый остаток перенести в пробирку и добавить ~1 мл воды. *Весь ли остаток растворяется в воде? Что остается в осадке, а что переходит в раствор?*

Написать уравнение реакции разложения хлората калия.

4. Небольшое количество полученного хлората калия поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000-400 см⁻¹. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1.*

Табл. 1. Сопоставление литературных и экспериментальных данных ИК-спектров

Положения максимумов полос поглощения (см ⁻¹)		Отнесение полос
литературные данные	экспериментальные данные	
...

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 229.

2. Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. М.: Химия, 1974. С. 144.

1.2.3. Иодат калия

Получение иодата калия, KIO₃

В коническую колбу объемом 250 мл поместить 3 г перманганата калия и прилить 75 мл воды. Раствор нагреть на водяной бане до 80 °С и добавить 1,5 г иодида калия. Нагревать реакцию

смесь в течение 30 мин. По окончании нагревания смесь охладить до температуры $\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ и к зеленому теплomu раствору в колбе добавить при перемешивании 5-6 мл этилового спирта. Отфильтровать бурый осадок на воронке Бюхнера. Измерить pH фильтрата индикаторной бумагой и добавить к нему по каплям при перемешивании ледяную уксусную кислоту ($\sim 1,5$ мл) до pH ~ 7 .

Полученный раствор перелить в фарфоровую чашку объемом 100 мл и упарить при перемешивании стеклянной палочкой на водяной бане до начала кристаллизации ($\sim 1/4$ от первоначального объема). Если при упаривании в растворе появляется бурая взвесь, операцию фильтрования повторить, а затем продолжить упаривание. Бесцветный раствор охладить вначале до комнатной температуры, а затем в бане со льдом или снегом до $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Полученное вещество отфильтровать на предварительно взвешенном стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть тремя порциями по 5 мл этилового спирта и высушить сначала током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин), а затем в сушильном шкафу при температуре не выше $60\text{ }^{\circ}\text{C}$. После охлаждения фильтра до комнатной температуры взвесить его и вычислить массу полученного продукта.

Если полученный препарат содержит примесь диоксида марганца, его можно очистить перекристаллизацией из воды. Для этого полученный иодат калия растворить в рассчитанном количестве воды при $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, горячий раствор быстро профильтровать через бумажный фильтр ("красная" или "желтая" лента) на химической воронке и охладить до $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Образовавшийся осадок отфильтровать на предварительно взвешенном стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть тремя порциями по 5 мл этилового спирта и высушить, как было описано выше. Определить массу полученного вещества.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Общая характеристика полученного вещества

Иодат калия – белое кристаллическое вещество, устойчивое на воздухе. Растворяется в воде (8,1 г в 100 г воды при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$; 24,5 г – при $80\text{ }^{\circ}\text{C}$), нерастворим в этиловом спирте. При температуре около $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ плавится с разложением.

Изучение некоторых свойств иодата калия

1. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в пробирку и добавить ~1 мл концентрированной соляной кислоты. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. Небольшое количество полученного иодата калия поместить в пробирку и растворить в ~1 мл воды. К раствору добавить раствор иодида калия. *Наблюдаются ли изменения? Полученный раствор подкислить несколькими каплями разбавленной серной кислоты. Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Проверить термическую устойчивость иодата калия. Для этого поместить немного полученного вещества в пробирку и осторожно нагреть в пламени спиртовки в течение 2-3 мин. После охлаждения содержимого пробирки до комнатной температуры определить природу твердого остатка. Для этого растворить остаток в 1-2 мл воды и разделить полученный раствор на две пробирки. К раствору в первой пробирке добавить 3-4 капли раствора нитрата серебра, к раствору во второй пробирке – ~1 мл насыщенного раствора перхлората натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного иодата калия поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000-400\text{ см}^{-1}$. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Голубенко А.Н., Самойлов П.П., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 3. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 9.

2. Анораникум. Под ред. Кольдица А.М. М.: Мир, 1984. С. 522.

1.2.4. Метапериодат калия

Получение метапериодата калия, KIO_4

Собрать установку, изображенную на рис. 6. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~25 г перманганата калия, смоченного 7-8 мл воды. В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту и закрыть ее пробкой. В склянку Дрекселя 3 налить воду, так чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см. К склянке Дрекселя с помощью небольшого кусочка резинового шланга присоединить газоотводную трубку 4, изогнутую под прямым углом.

В химический стакан 5 объемом 100 мл поместить 3 г иодата калия, добавить 30 мл воды и накрыть стакан часовым стеклом.

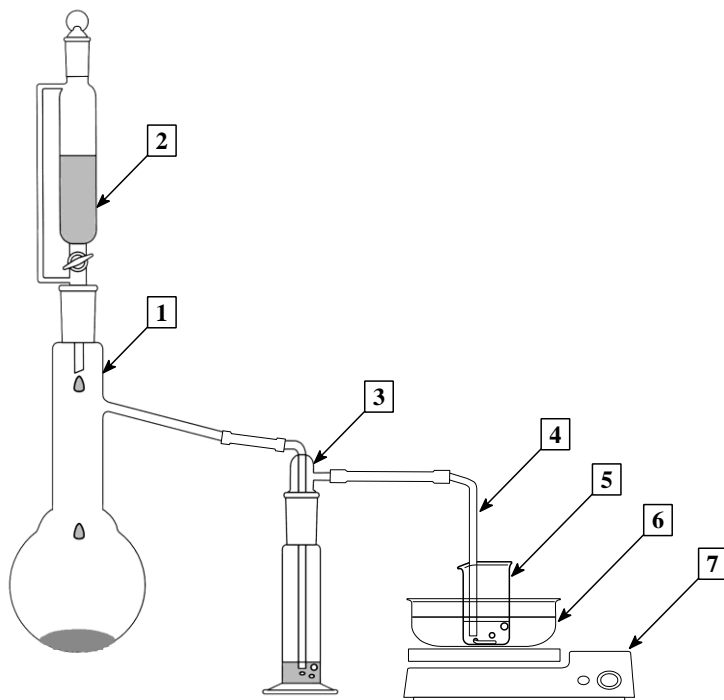


Рис. 6. Установка для получения KIO_4 , $CsIO_4$ и $KIO_4 \cdot 2H_2O$

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекселя;

4 – газоотводная трубка; 5 – стакан;

6 – водяная баня; 7 – магнитная мешалка

Растворить навеску KIO_3 при перемешивании на магнитной мешалке 7 и нагревании до 60-70 °С. Периодически снимая часовое стекло, не прекращая перемешивание, добавить *небольшими порциями* 3,3 г гидроксида калия. Затем убрать часовое стекло и погрузить в стакан 5 газоотводную трубку 4.

Осторожно приоткрыть кран капельной воронки и, добавляя по каплям соляную кислоту к перманганату калия, установить равномерный ток хлора (скорость пропускания пузырьков через склянку Дрекселя 3 должна быть 1-2 пузырька в секунду). Пропускать газообразный хлор через подогреваемый (~60 °С) раствор в стакане в течение ~20 мин. По окончании пропускания хлора раствор охладить до комнатной температуры и нейтрализовать его ~10 %-ным раствором соляной кислоты до pH 5-6 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

Охладить содержимое стакана в бане со льдом. Осадок в стакане промыть водой методом декантации (2 раза порциями по 5-10 мл). Отфильтровать полученное вещество на воронке Бюхнера, промыть ~5 мл воды и высушить сначала током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин), а затем в сушильном шкафу при температуре 120 °С. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Общая характеристика полученного вещества

Метапериодат калия – белое вещество, плохо растворимое в воде (0,4 г в 100 г воды при 20 °С; 4,4 г – при 80 °С), нерастворимо в этиловом спирте. Кристаллогидратов не образует. При действии концентрированных кислот и щелочей переводится в раствор с изменением состава аниона. При нагревании выше 290 °С разлагается.

Изучение некоторых свойств KIO_4

1. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного вещества поместить в пробирку, добавить ~1 мл раствора серной кислоты и 1-2 капли раствора сульфата марганца. Осторожно нагреть

пробирку в пламени спиртовки. *Что происходит? Написать уравнение реакции.*

2. Подготовить полоску фильтровальной бумаги, смоченную 1-2 каплями раствора иодида калия. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в пробирку и добавить ~1 мл концентрированной соляной кислоты. Поднести к пробирке подготовленную ранее полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором KI. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Проверить термическую устойчивость KIO_4 . Для этого поместить немного полученного вещества в пробирку и нагреть в пламени спиртовки в течение 2-3 мин. После охлаждения содержимого пробирки до комнатной температуры определить природу твердого остатка. Для этого растворить остаток в 1-2 мл воды и разделить полученный раствор на две пробирки. К раствору в первой пробирке добавить 3-4 капли раствора нитрата серебра, к раствору во второй пробирке – ~1 мл насыщенного раствора перхлората натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного метапериодата калия поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000-400\text{ см}^{-1}$. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 371.

2. Голубенко А.Н., Самойлов П.П., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 3. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 10.

1.2.5. Дихлороиодат(I) цезия

Получение дихлороиодата(I) цезия, CsICl₂

Собрать установку, изображенную на рис. 6, стр. 23. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~25 г перманганата калия, смоченного 7-8 мл воды. В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту и закрыть ее пробкой. В склянку Дрекселя 3 налить воду, так чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см. К склянке Дрекселя с помощью небольшого кусочка резинового шланга присоединить газоотводную трубку 4, изогнутую под прямым углом и имеющую большой внутренний диаметр.

В химическом стакане 5 объемом 50 мл растворить навеску 1,7 г хлорида цезия в 13 мл концентрированной соляной кислоты. В полученный раствор внести 1,4 г предварительно измельченного в ступке кристаллического иода. Погрузить газоотводную трубку 4 в стакан 5 и поместить ее в баню 6 с горячей (~60-70 °С) водой.

Осторожно приоткрыть кран капельной воронки и, добавляя по каплям соляную кислоту к перманганату калия, установить равномерный ток хлора (скорость пропускания пузырьков через склянку Дрекселя 3 должна быть 1-2 пузырька в секунду). Пропускать через горячий раствор в стакане 5 газообразный хлор до полного растворения иода. Для ускорения реакции раствор с осадком иода рекомендуется периодически перемешивать газоотводной трубкой 4 (не прекращая пропускать хлор) и подогревать воду в бане с помощью электроплитки 7.

По окончании пропускания хлора раствор охладить сначала до комнатной температуры, а затем до 0 °С в бане со льдом. Осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор) и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин). Полученное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Каково пространственное строение дихлороиодат(I)-иона?

Общая характеристика полученного вещества

Дихлороидат(I) цезия – оранжево-желтое кристаллическое вещество, неустойчивое при хранении на воздухе. Постепенно гидролизуется водой. При нагревании разлагается.

Изучение некоторых свойств дихлороидата(I) цезия

1. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного вещества растворить в ~1 мл воды и слегка нагреть в пламени спиртовки.

После охлаждения раствора в пробирке оценить его pH. Добавить к полученному раствору несколько капель раствора крахмала. *Что происходит? Какие продукты гидролиза образуются при растворении дихлороидата(I) цезия в воде? Написать уравнение реакции.*

2. Проверить термическую устойчивость дихлороидата(I) цезия. Для этого поместить немного полученного вещества в пробирку и нагреть в пламени спиртовки в течение 2-3 мин. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

После охлаждения содержимого пробирки до комнатной температуры определить природу твердого остатка. Для этого растворить остаток в 1-2 мл воды и разделить полученный раствор на две пробирки. К раствору в первой пробирке добавить 3-4 капли раствора нитрата серебра, к раствору во второй пробирке – ~1 мл насыщенного раствора перхлората натрия. *Что происходит? Написать уравнения реакций.*

Литературные источники

1. Голубенко А.Н., Самойлов П.П., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 3. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1994. С. 18.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 345.

1.2.6. Дигидрат тетрахлороиодата(III) калия (способ 1)

Получение $KICl_4 \cdot 2H_2O$ при взаимодействии Cl_2 с KI и $HCl_{конц}$

Собрать установку, изображенную на рис. 6, стр. 23. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~25 г перманганата калия, смоченного 7-8 мл воды. В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту и закрыть ее пробкой. В склянку Дрекселя 3 налить воду, так чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см. К склянке Дрекселя с помощью небольшого кусочка резинового шланга присоединить газоотводную трубку 4, изогнутую под прямым углом и имеющую большой внутренний диаметр. Конец газоотводной трубки погрузить в химический стакан 5 объемом 50 мл, содержащий 3 г иодида калия, 6 мл воды и 3 мл концентрированной соляной кислоты. Стакан поместить в баню 6 с теплой водой (*температура воды не должна превышать 40 °С*).

Осторожно приоткрыть кран капельной воронки и, добавляя по каплям соляную кислоту к перманганату калия, установить равномерный ток хлора (скорость пропускания пузырьков через склянку Дрекселя 3 должна быть 1-2 пузырька в секунду). Пропускать газообразный хлор до тех пор, пока весь выпавший первоначально иод не прореагирует и окраска раствора не станет светло-желтой. Для ускорения реакции раствор с осадком иода рекомендуется периодически перемешивать газоотводной трубкой 4 (не прекращая пропускать хлор) и подогревать воду в бане с помощью электроплитки 7 (*температура воды не должна превышать 40 °С*).

По окончании реакции раствор охладить в бане со льдом. Образовавшийся осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть 1-2 мл концентрированной соляной кислотой, предварительно охлажденной до 0 °С, и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин). Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта. Каково пространственное строение тетрахлороиодат(III)-иона?

Общая характеристика полученного вещества и изучение его свойств представлены в синтезе 1.2.7.

1.2.7. Дигидрат тетрахлороиодата(III) калия (способ 2)

Получение $KICl_4 \cdot 2H_2O$ при взаимодействии $HCl_{конц.}$ с KIO_3

В высокий химический стакан объемом 50 мл налить 10 мл концентрированной соляной кислоты. Накрыть стакан часовым стеклом и поместить на магнитную мешалку. Периодически снимая часовое стекло, при *интенсивном перемешивании* добавлять *небольшими порциями* с помощью стеклянного шпателя 4 г тонкорастертого иодата калия. После добавления последней порции соли перемешивать реакционный раствор на магнитной мешалке еще в течение 30 мин. Образовавшуюся реакционную смесь охладить в бане со льдом. Образовавшийся осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть 1-2 мл концентрированной соляной кислоты, предварительно охлажденной до 0 °С, и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин). Полученное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта. Каково пространственное строение тетрахлороиодат(III)-иона?

Общая характеристика полученного вещества

Дигидрат тетрахлороиодата(III) калия – золотисто-желтые кристаллы, неустойчивые при хранении на воздухе. Вещество гидролизуетеся водой (особенно быстро при нагревании). При нагревании разлагается.

Изучение некоторых свойств $KICl_4 \cdot 2H_2O$

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.

2. Небольшое количество (на кончике шпателя) вещества растворить в ~1 мл воды и слегка нагреть в пламени спиртовки.

После охлаждения раствора в пробирке оценить его рН. Добавить к полученному раствору несколько капель раствора крахмала. *Что происходит? Какие продукты гидролиза образуются при растворении тетрахлороиодата(III) калия в воде? Написать уравнение реакции.*

3. Проверить термическую устойчивость дигидрата тетрахлоуроидата(III) калия. Для этого поместить немного полученного вещества в пробирку и нагреть в пламени спиртовки в течение 2-3 мин. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

После охлаждения содержимого пробирки до комнатной температуры определить природу твердого остатка. Для этого растворить остаток в 1-2 мл воды и разделить полученный раствор на две пробирки. К раствору в первой пробирке добавить 3-4 капли раствора нитрата серебра, к раствору во второй пробирке – ~1 мл насыщенного раствора перхлората натрия. *Что происходит? Написать уравнения реакций.*

Литературные источники

1. Могилевкина М.Ф., Максаков В.А. Практикум по неорганической химии. Выпуск 2. Новосибирск: Изд-во НГУ, 2003. С. 28.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 343.

Глава 2. Элементы 16 группы (халькогены)

2.1. Кислород

2.1.1. Молекулярный кислород

Поместить в сухую пробирку ~1 г твердого перманганата калия, укрепить пробирку в штативе под небольшим наклоном и осторожно нагреть ее содержимое в пламени спиртовки. Спустя ~1 мин после начала разложения внести в пробирку тлеющую лучинку. *Что происходит? Написать уравнения всех реакций.*

2.1.2. Пероксид водорода

1. Налить в пробирку ~0,5 мл раствора хлорида бария и добавить к нему 3-4 капли концентрированного раствора аммиака. К полученному раствору добавить 5-6 капель концентрированного (30 %-ного) раствора пероксида водорода. *Что происходит? Осадок какого вещества образовался? Написать уравнение реакции.*

Можно ли таким же способом получить пероксид натрия? Каковы К-О свойства пероксида водорода в водном растворе?

2. О-В двойственность пероксида водорода

а) Налить в пробирку ~0,5 мл раствора иодида калия и подкислить его таким же объемом раствора серной кислоты. К полученному раствору добавить ~1 мл 3 %-ного раствора пероксида водорода. *Что наблюдается?*

б) Поместить в пробирку 2-3 капли раствора перманганата калия, добавить ~1 мл раствора серной кислоты и по каплям прибавить раствор пероксида водорода до обесцвечивания.

Написать уравнения реакций. Какие свойства проявляет пероксид водорода в этих О-В реакциях?

2.2. Сера, селен

2.2.1. Сера (простое вещество)

В два химических стакана (объемом 25 мл) поместить немного (на кончике шпателя) порошка серы. В первый стакан прилить ~15 мл концентрированной азотной кислоты, во второй – столько же концентрированного раствора гидроксида натрия. Накрыть оба стакана часовыми стеклами и прокипятить их содержимое в течение ~10 мин. Охладить растворы до комнатной температуры и использовать для следующих опытов.

1. Подготовить полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором соли свинца(II). Налить в пробирку ~1 мл раствора, полученного после взаимодействия серы с раствором щелочи. Осторожно добавлять по каплям (с помощью пипетки) при перемешивании ~1 мл концентрированной соляной кислоты и поднести к отверстию пробирки полоску подготовленной влажной "свинцовой" бумаги.

2. Налить в пробирку ~1 мл раствора, полученного при взаимодействии серы с концентрированной азотной кислотой, и добавить равный объем раствора хлорида бария.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

2.2.2. Водородные соединения серы

Сероводород очень ядовит! Все опыты проводить только в вытяжном шкафу! Реакционные сосуды, прежде чем вынести из-под тяги, ополоскать 2-3 раза водой в вытяжном шкафу!

Сероводород, сульфиды и полисульфиды

Получение и свойства сероводорода

1. Подготовить две небольшие полоски фильтровальной бумаги, смоченные 1-2 каплями одного из реагентов: **а)** иодной воды; **б)** раствором $KMnO_4$, подкисленного раствором серной кислоты.

Поместить в пробирку немного ($\sim 1/2$ шпателя) сульфида железа(II) и прилить ~ 1 мл раствора соляной кислоты. Поочередно поднося к отверстию пробирки подготовленные полоски фильтровальной бумаги, *отметить изменения их цвета. Какие свойства проявляет сероводород в этих реакциях? Написать уравнения реакций.*

2. Поместить в пробирку немного сульфида железа(II). Прилить к нему ~ 1 мл концентрированной соляной кислоты, закрыть пробирку пробкой с оттянутой газоотводной трубкой и поджечь выделяющийся сероводород на выходе газоотводной трубки. Смочить полоску универсальной индикаторной бумаги водой и подержать ее над пламенем. *Как изменяется ее цвет? Написать уравнение сгорания сероводорода в избытке кислорода.*

Внести в пламя горящего сероводорода холодную фарфоровую чашку. *Что появляется на поверхности чашки? Написать уравнение реакции сгорания сероводорода в недостатке кислорода.*

Получение сульфидов металлов из простых веществ

Приготовить смесь стехиометрических количеств цинка и серы, для чего $\sim 0,8$ г предварительно тонкорастертого порошка серы тщательно перемешать с $\sim 1,7$ г цинковой пыли. Поместить смесь на металлическую пластину и поджечь с помощью зажженной лучинки. *Что происходит?*

Испытать отношение полученного сульфида цинка к воде и разбавленному раствору соляной кислоты.

Получение сульфидов металлов осаждением из раствора

В четыре пронумерованные пробирки налить по ~ 1 мл растворов солей, катионы которых указаны в табл. 2. Во все пробирки добавить по ~ 1 мл водного раствора сероводорода. Заполнить соответствующие строки в табл. 2.

К растворам солей, не образовавших осадка при добавлении сероводорода, добавить по ~ 1 мл раствора сульфида натрия. Внести необходимые данные и наблюдения в табл. 2.

Написать уравнения реакций получения сульфидов.

Почему сероводород не осаждает сульфиды некоторых металлов? Ответ обосновать, оценить константу соответствующего гетерогенного равновесия с использованием необходимых термодинамических величин: K_L сульфидов и K_{a1} , K_{a2} для сероводородной кислоты.

Табл. 2. Осаждение сульфидов и растворение их в кислотах

№	Осаждаемый катион	K_L	Цвет осадка	Осадители		Кислоты	
				H_2S	Na_2S	разб. HCl	конц. HNO_3
1	Fe^{2+}						
2	Cu^{2+}						
3	Mn^{2+}						
4	Cd^{2+}						

Растворение сульфидов металлов в кислотах

Осадки, полученные в предыдущих опытах, отделить декантацией и добавить к ним 1-2 мл разбавленной соляной кислоты. Осадки, которые не растворились в соляной кислоте, промыть методом декантации водой и добавить к ним концентрированную азотную кислоту. Результаты внести в табл. 2.

Написать уравнения реакций взаимодействия сульфидов с соляной кислотой. Почему не все сульфиды растворяются в соляной кислоте?

Написать уравнения реакций взаимодействия сульфидов с азотной кислотой. Почему сульфиды, нерастворимые в соляной кислоте, растворяются в концентрированной азотной кислоте? В чем заключается принципиальная разница в действии этих двух кислот?

Свойства сульфидов, растворимых в воде

1. С помощью индикаторной бумаги *оценить значение pH* раствора сульфида натрия (~0,1 М). *Объяснить полученный результат и сравните его с рассчитанным значением.*

2. В пробирку, содержащую ~1 мл раствора соли алюминия, добавить равный объем раствора сульфида натрия. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

Образование и свойства полисульфидов

В химический стакан объемом 25 мл поместить ~0,5 г тонкорастертой серы, смочить ее ~1 мл этилового спирта и добавить ~10 мл концентрированного раствора сульфида натрия. Накрыть стакан часовым стеклом, прокипятить его содержимое на электроплитке в течение ~10 мин, затем охладить до комнатной температуры. *Как изменился цвет раствора?*

Подготовить полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором нитрата или ацетата свинца(II). Налить в пробирку ~1 мл полученного раствора полисульфидов, добавить по каплям (с помощью пипетки) при перемешивании ~1 мл концентрированной соляной кислоты и поднести к отверстию пробирки полоску подготовленной влажной "свинцовой" бумаги. *Что наблюдается?*

Написать уравнения реакций.

2.2.3. Кислородсодержащие соединения S(IV) и Se(IV)

Оксид серы(IV)

Оксид серы(IV) вызывает раздражение дыхательных путей.

Все опыты следует проводить только в вытяжном шкафу!

При работе с концентрированной H_2SO_4 одеть перчатки и очки.

1. Поместить в пробирку немного металлической меди, прилить к ней ~1 мл концентрированной серной кислоты. Подготовить небольшую полоску фильтровальной бумаги, смоченную 1-2 каплями раствора перманганата калия, подкисленного раствором серной кислоты. Осторожно нагреть пробирку в пламени спиртовки

и поднести к ее отверстию подготовленную ранее полоску с раствором перманганата калия. *Как изменяется цвет полоски фильтровальной бумаги? Написать уравнения реакций.*

2. Собрать установку, изображенную на рис. 7. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~30 г сульфита натрия, добавить ~30 мл воды и перемешать. В капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой. Для осушения газа установить склянку Дрекслея 3 с концентрированной серной кислотой.

Сухую U-образную трубку 4 поместить в баню 5 с охлаждающей смесью хлорида натрия со льдом (температура в бане

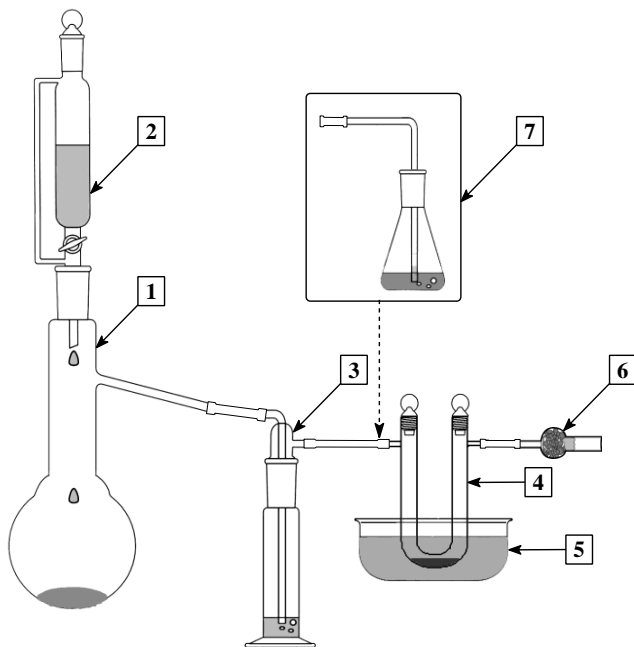


Рис. 7. Установка для получения оксида серы(IV) и его последующего сжигания

- 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекслея;
4 – U-образная трубка; 5 – охлаждающая баня;
6 – хлоркальциевая трубка; 7 – вставка

не должна превышать $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$) и выдержать ее в бане 10-15 мин. На выходе из U-образной трубки-приемника установить хлоркальциевую трубку б. По каплям добавлять серную кислоту к сульфиту натрия, следя за равномерным током SO_2 .

Написать уравнение реакции получения диоксида серы.

Когда в U-образной трубке-приемнике соберется около 2-3 мл жидкого сернистого газа, отсоединить ее от прибора и присоединить вместо нее изогнутую под прямым углом газоотводную трубку (см. вставку 7 к рис. 7). В коническую колбу объемом 100 мл, содержащую 30-50 мл дистиллированной воды, осторожно по каплям вылить полученный жидкий диоксид серы. Опустить в колбу с полученным раствором газоотводную трубку и пропустить продолжающийся выделяться диоксид серы в течение ~ 10 мин. Полученный раствор оксида серы(IV) использовать для изучения его свойств.

Водный раствор оксида серы(IV)

1. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора "сернистой кислоты" на полоску универсальной индикаторной бумаги. Оценить pH водного раствора диоксида серы. *Какие равновесия устанавливаются в водном растворе диоксида серы? Какими константами характеризуются эти равновесия?*

2. В первую пробирку налить ~ 1 мл иодной воды, во вторую – столько же сероводородной воды, в третью – столько же раствора перманганата калия, подкисленного 2-3 каплями разбавленной серной кислоты. В каждую пробирку добавить по 1-2 мл водного раствора диоксида серы. *Отметить наблюдаемые изменения.*

Какие свойства проявляет диоксид серы в этих реакциях? Написать уравнения реакций.

Селенистая кислота

Селенистая кислота очень ядовита! Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу! После проведения опытов тщательно вымыть руки с мылом!

В пробирку поместить немного (на кончике *стеклянного* шпателя) твердой селенистой кислоты и налить 2-3 мл воды. С помощью стеклянной палочки осторожно перемешать содержимое пробирки и перенести каплю полученного раствора на универсальную индикаторную бумагу. *Отметить pH полученного раствора.* Полученный раствор использовать для следующих опытов.

В первую пробирку налить ~1 мл раствора хлорида олова(II) и добавить 3-4 капли полученного раствора селенистой кислоты. *Что наблюдается?*

Во вторую пробирку налить ~1 мл раствора оксида серы(IV) и добавить равный объем селенистой кислоты. *Отметить изменения.*

В третьей пробирке приготовить подкисленный раствор перманганата калия. Для этого к 2-3 каплям KMnO_4 добавить ~1 мл раствора серной кислоты и по каплям прибавить раствор селенистой кислоты до обесцвечивания.

Написать уравнения реакций. Какие свойства проявляет селенистая кислота в этих реакциях?

Сравнить К-О и О-В свойства соединений S(IV) и Se(IV) в водных растворах.

2.2.4. Серная кислота

Концентрированная серная кислота при попадании на кожу вызывает сильные ожоги! Опыты с серной кислотой следует проводить в перчатках и очках!

Растворение серной кислоты в воде

Налить в стакан 10-15 мл воды, измерить ее температуру и, не вынимая термометра, осторожно добавить 2 мл концентрированной серной кислоты. *Записать показания термометра. В каком порядке следует приливать воду и концентрированную серную кислоту для приготовления растворов различной концентрации?*

Действие серной кислоты на органические вещества

Смочив конец стеклянной палочки концентрированной серной кислотой, сделать надпись на листе фильтровальной бумаги

и оставить на 1-2 мин. *Что происходит? На какие свойства серной кислоты указывает сделанный опыт?*

Действие серной кислоты на металлы

Налить в три пробирки по ~1 мл концентрированной, а в три других – столько же разбавленной серной кислоты. Поместить в каждую пару пробирок немного цинка, железа и меди. *Что наблюдается?*

Осторожно нагреть те из пробирок, в которых ничего не происходило. *Наблюдаются ли изменения?*

Написать уравнения реакций.

В чем заключается различие действия концентрированных и разбавленных растворов серной кислоты на металлы?

2.2.5. Соли кислот состава $H_2S_2O_n$

Тиосульфаты

1. Растворить несколько кристаллов тиосульфата натрия в ~1 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора на универсальную индикаторную бумагу. *Отметить pH раствора и дать необходимые пояснения.*

К полученному в пробирке раствору тиосульфата натрия добавить ~1 мл раствора соляной кислоты. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. В одну пробирку налить ~1 мл хлорной воды, в другую – столько же иодной воды. В каждую из пробирок добавить по каплям раствор тиосульфата натрия. *Отметить наблюдения. Написать уравнения реакций. Почему в этих опытах получаются разные продукты?*

Дисульфиты и дисульфаты

1. В первую пробирку поместить немного (на кончике шпателя) дисульфита, во вторую – столько же дисульфата натрия или калия. В обе пробирки добавить по ~1 мл воды. С помощью стеклянной

палочки перенести по капле полученных растворов на универсальную индикаторную бумагу. *Отметить pH полученных растворов. Написать уравнения реакций, происходящих при растворении указанных солей в воде.*

2. К растворам, полученным в предыдущем опыте, добавить по ~1 мл раствора перманганата калия, подкисленного 2-3 каплями раствора серной кислоты. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции. Какие свойства обычно проявляют растворы дисульфитов в О-В реакциях?*

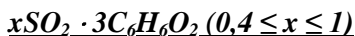
Пероксодисульфаты

Налить в пробирку ~0,5 мл сульфата хрома(III) и добавить по каплям при перемешивании концентрированный раствор гидроксида натрия до растворения первоначально образовавшегося осадка. К полученному раствору добавить немного твердого пероксодисульфата калия или аммония. Пробирку нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции. Какие свойства проявляют пероксодисульфаты в О-В реакциях?*

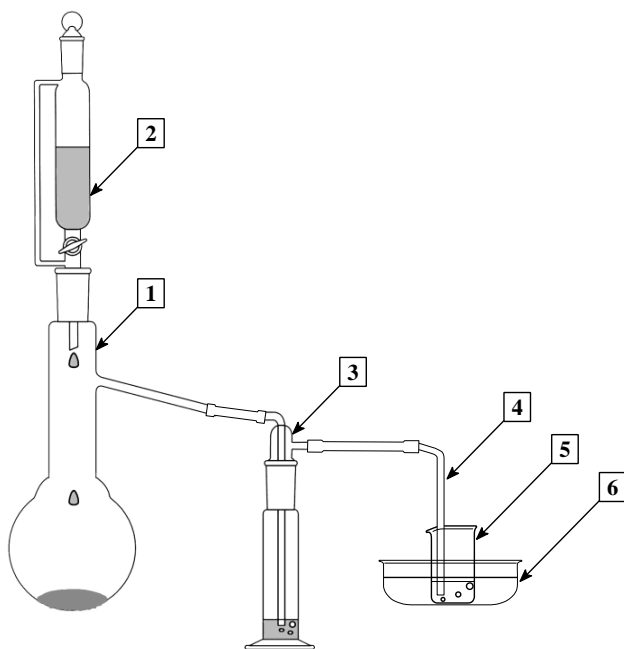
2.3. Синтезы соединений серы

2.3.1. Клатрат гидрохинона с диоксидом серы

Получение клатрата гидрохинона с диоксидом серы,



Собрать в вытяжном шкафу установку, изображенную на рис. 8. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~35 г сульфита натрия, добавить 30-35 мл воды и перемешать. В капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой. Склянку Дрекселя 3 заполнить концентрированной серной кислотой. К склянке Дрекселя присоединить газоотводную трубку 4, изогнутую под прямым углом.



**Рис. 8. Установка для получения
клатрата гидрохинона с диоксидом серы**

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекселя;
4 – газотводная трубка; 5 – стакан; 6 – охлаждающая баня

В сухой коническую колбу 5 объемом 100 мл поместить 4 г гидрохинона и растворить его в 40 мл этилацетата. Через полученный раствор пропускать равномерный ток сухого диоксида серы. По мере насыщения реакционной смеси оксидом серы(IV) раствор окрашивается в желтый цвет и выпадает осадок клатрата $x\text{SO}_2 \cdot 3\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$ ($0,4 \leq x \leq 1$).

Через ~1 ч реакционную колбу поместить в кристаллизатор б с охлаждающей смесью (хлорид натрия со льдом) и пропускать диоксид серы еще ~30 мин. Выпавшие кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, высушить током воздуха в течение 10-15 мин, перенести в тарированный бюкс и взвесить.

Общая характеристика полученного вещества

Клатрат гидрохинона с диоксидом серы представляет собой желтое кристаллическое вещество, неустойчивое к нагреванию и механическим воздействиям (например, растиранию в ступке).

Определение содержания оксида серы(IV) в клатрате

Точную навеску $\sim 0,3$ г полученного препарата поместить в коническую колбу объемом 100 мл, добавить к ней рассчитанный объем 0,05 М раствора пероксида водорода.

Объем добавленного раствора должен соответствовать ~ 10 %-ному избытку по сравнению со стехиометрическим (сделать оценку на максимальное значение $x = 1$).

Образовавшуюся серную кислоту оттитровать 0,1 М раствором щелочи в присутствии индикатора метилового красного. Титрование повторить 2-3 раза.

Написать уравнения реакций и рассчитать по количеству щелочи, израсходованной на нейтрализацию серной кислоты, количество диоксида серы в синтезированном соединении.

Написать уравнение реакции получения клатрата гидрохинона с диоксидом серы и рассчитать выход продукта.

Изучение некоторых свойств полученного клатрата

Немного ($\sim 1/3$ шпателя) полученного вещества поместить в пробирку и слегка нагреть в пламени спиртовки. Поднести к отверстию пробирки влажную полоску универсальной индикаторной бумаги. *Что наблюдается?*

Что такое клатрат? Какого типа межмолекулярные взаимодействия обеспечивают образование таких соединений?

Литературный источник

Диканская Л.Д., Овчаренко В.И. Практикум по неорганической химии. Выпуск 1. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 29.

2.3.2. Пентагидрат тиосульфата натрия

Получение пентагидрата тиосульфата натрия,

$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$

Собрать установку, изображенную на рис. 9. В круглодонную колбу 1 объемом 250 мл поместить 17 г сульфита натрия, 5 г серы, тонкорастертой в фарфоровой ступке, добавить ~5 мл этанола (для улучшения смачивания водой) и ~70 мл воды. Отметить с помощью маркера начальный уровень раствора в колбе. К колбе присоединить обратный холодильник 2. Смесь кипятить в течение ~3 ч при перемешивании на магнитной мешалке 3, периодически доливая воду до начального объема раствора. Признаком окончания реакции является нейтральная реакция среды по универсальной индикаторной бумаге.

Раствор охладить до комнатной температуры и профильтровать через бумажный фильтр ("красная" или "желтая" лента) в стеклянной воронке. Фильтрат собрать в фарфоровую чашку объемом 100 мл и упарить с помощью ИК-излучателя до объема 10-15 мл. Затем раствор охладить до 0 °С в бане со льдом. Полученное вещество отфильтровать на воронке Бюхнера и высушить на фильтре током воздуха в течение 10-15 мин. Кристаллы отжать между листами фильтровальной бумаги, перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход пентагидрата тиосульфата натрия.

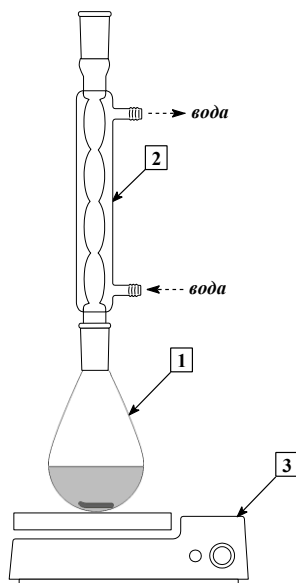


Рис. 9. Установка для получения $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$

- 1 – круглодонная колба;
- 2 – обратный холодильник;
- 3 – магнитная мешалка

Общая характеристика полученного вещества

Пентагидрат тиосульфата натрия – белое кристаллическое вещество, хорошо растворим в воде (70,1 г в 100 г воды при 20 °С; 229 г – при 80 °С). При температуре 48,5 °С растворяется в собственной кристаллизационной воде, выше 100 °С обезвоживается, а выше 220 °С разлагается.

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.

2. Определить температуру плавления полученного препарата.
Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?

3. Небольшое количество (на кончике шпателя) кристаллов полученного вещества растворить в 3-4 мл воды. Использовать полученный раствор для проведения следующих реакций.

В первую пробирку налить ~1 мл раствора полученного соединения и добавить при перемешивании 3-4 капли раствора серной или соляной кислоты. *Что происходит?*

Во вторую пробирку налить ~ 0,5 мл иодной воды и добавить по каплям при перемешивании раствор тиосульфата натрия до полного исчезновения исходной окраски иода.

В третью пробирку налить ~1 мл раствора нитрата серебра и добавить по каплям при перемешивании раствор тиосульфата натрия до полного растворения первоначально образовавшегося осадка.

Написать уравнения реакций.

4. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000-400 см⁻¹. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Диканская Л.Д., Овчаренко В.И. Практикум по неорганической химии. Выпуск 1. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 5.

2. Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. М.: Химия, 1974. С. 273.

2.3.3. Пероксодисульфат калия

Получение пероксодисульфата калия, $K_2S_2O_8$

Внимание! Помните, что при работе с электрическим током необходима большая осторожность! Не прикасайтесь к оголенным контактам и проводам!

Собрать установку для электролиза, изображенную на рис. 10. Корпус электролизера 1 закрепить на большом кольце 2, электролитическую ячейку 3 закрепить на этом же штативе с помощью лапки 4. Графитовый электрод 5, платиновый электрод 6 и термометр 7 закрепить в пробке 8 из пенополиэтилена. На графитовый электрод 5 надеть чехол 9 из стеклоткани. На графитовый электрод 5 надеть чехол 9 из стеклоткани.

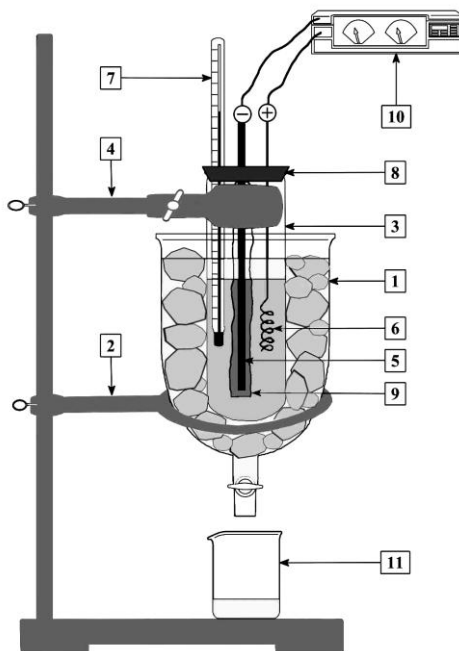


Рис. 10. Установка для получения пероксодисульфата калия
1 – корпус электролизера; 2 – кольцо; 3 – электролитическая ячейка;
4 – лапка; 5 – графитовый электрод; 6 – платиновый электрод;
7 – термометр; 8 – пробка; 9 – чехол из стеклоткани;
10 – источник постоянного тока; 11 – стакан

Пероксодисульфат калия получают электролизом насыщенного водного раствора гидросульфата калия, который можно приготовить растворением твердого дисульфата калия в воде. Приготовить 80 мл 25 %-ного раствора дисульфата калия. Полученный раствор налить в электролитическую ячейку 3.

Пространство между корпусом электролизера 1 и ячейкой 3 заполнить охлаждающей смесью (смесь льда с хлоридом натрия). Опустить электроды в раствор и подключить их к источнику постоянного тока 10. Графитовый электрод подсоединить к отрицательному полюсу, а платиновый – к положительному. *Не путать! Ошибка в определении полярности при подключении ведет к необратимому разрушению графитового электрода и загрязнению раствора!*

Медленно вращая ручку источника 10, установить силу тока, протекающего через раствор, ~10 А. Отметить по вольтметру напряжение на электродах. Следить за тем, чтобы температура раствора внутри ячейки не превышала 20 °С, при необходимости добавлять новые порции охлаждающей смеси в пространство между корпусом электролизера 1 и ячейкой 3.

Внимание! Во время добавления новых порций охлаждающей смеси необходимо отключить подачу напряжения на электроды (выключить источник тока).

Избыток воды сливать в стакан 11 через кран в нижней части корпуса электролизера.

Электролиз проводить в течение ~2 ч, затем осторожно отключить электрический ток и извлечь электроды. Раствор с продуктами электролиза перенести в химический стакан и охладить до 0 °С в кристаллизаторе со снегом или льдом. Выпавшие кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть тремя порциями по 5 мл этилового спирта и высушить на фильтре при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин). Перенести полученное вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции электролиза гидросульфата калия.

Общая характеристика полученного вещества

Пероксодисульфат калия – белое кристаллическое вещество, устойчивое в сухом воздухе длительное время. Во влажном воздухе и в растворе постепенно разлагается с выделением кислорода. При нагревании выше $\sim 70^\circ\text{C}$ также разлагается. Умеренно растворяется в воде (1,6 г в 100 г воды при 0°C ; 4,6 г – при 20°C), нерастворим в этиловом спирте. Кристаллогидратов не образует.

Определение содержания $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ в полученном препарате

Точную навеску $\sim 0,15$ г полученного препарата поместить в коническую колбу объемом 100 мл, прилить ~ 15 мл дистиллированной воды и тщательно перемешать. К полученному раствору добавить $\sim 0,25$ г иодида калия и 3-4 капли 1 М раствора серной кислоты. Колбу накрыть часовым стеклом и оставить на 5-10 мин. Образовавшийся иод оттитровать 0,05 М раствором тиосульфата натрия, приготовленного из фиксанала, до бледно-желтой окраски раствора. Затем добавить в раствор ~ 1 мл 1 %-ного раствора крахмала и дотитровать до исчезновения синего окрашивания раствора. Титрование повторить еще два-три раза.

Написать уравнения реакций. Рассчитать по результатам титрования содержание пероксодисульфата калия в полученном при электролизе препарате.

Рассчитать выход пероксодисульфата калия в % относительно теоретического выхода по току.

Изучение некоторых свойств пероксодисульфата калия

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.

2. Небольшое количество (на кончике шпателя) кристаллов полученного вещества растворить в 3-4 мл воды. Провести с приготовленным раствором 2-3 реакции, с помощью которых можно охарактеризовать свойства полученного соединения. *Написать уравнения этих реакций.*

3. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000\text{-}400\text{ см}^{-1}$. *Сравнить спектр полученного Вами вещества*

с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 234.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 429.

2.3.4. Хлорид тионила (Оксид-дихлорид серы)

Получение хлорида тионила, $SOCl_2$

Собрать в вытяжном шкафу установку, изображенную на рис. 11. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~25 г сульфата натрия, добавить 25-30 мл воды и перемешать. В капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой. Склепки Дрекслея 3 и 4 заполнить концентрированной серной кислотой. Все остальные части установки должны быть сухими и соединяться друг с другом при помощи шлифов без применения вакуумной смазки.

На дно сухой двугорлой колбы 6 поместить 5,0 г пентахлорида фосфора так, чтобы газоподводящая трубка 5 слегка касалась твердого вещества. Колбу 6 соединить с *небольшим* дефлегматором 7, далее с помощью насадки Вюрца 8 – с хорошо охлаждаемым холодильником 10 и термометром 9. К холодильнику с помощью аллонжа 11 присоединить взвешенную колбу-приемник 12 (колбу-приемник необходимо взвешивать вместе со стеклянной пробкой). К боковому отводу аллонжа присоединить хлоркальциевую трубку 13, заполненную безводным хлоридом кальция.

Медленно по каплям добавлять серную кислоту к сульфиту натрия. Пропускать равномерный ток сухого диоксида серы в колбу 6, периодически осторожно встряхивая ее. Если реакция протекает медленно, колбу 6 можно немного подогреть с помощью колбонагревателя 15.

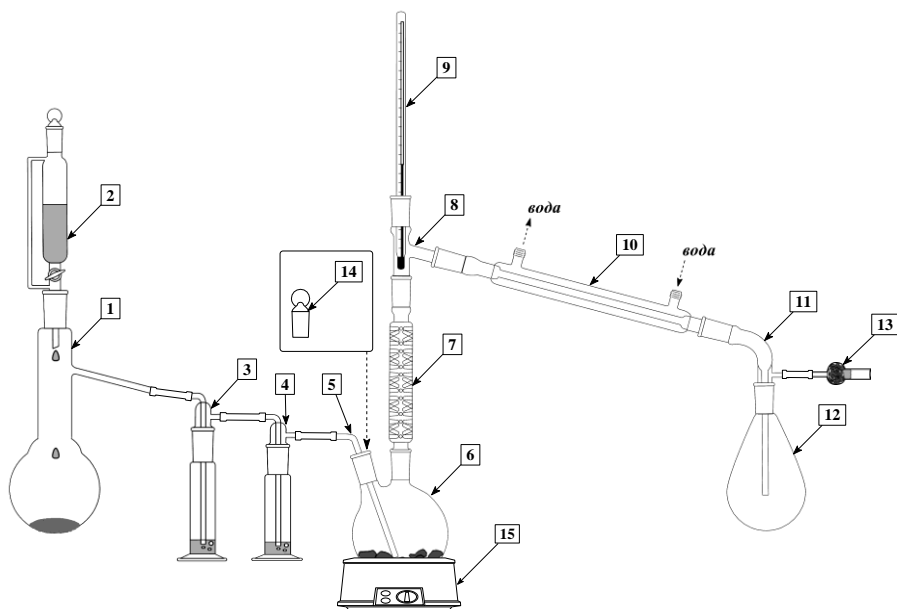


Рис. 11. Установка для получения хлорида тионила

- 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3, 4 – склянки Дрекселя;
 5 – газоподводящая трубка; 6 – двугорлая колба; 7 – дефлегматор;
 8 – насадка Вюрца; 9 – термометр; 10 – холодильник; 11 – аллонж;
 12 – колба-приемник; 13 – хлоркальцевая трубка;
 14 – пробка; 15 – колбонагреватель

После того, как весь пентахлорид фосфора вступит в реакцию, добавить в образовавшуюся смесь жидкостей 3-4 "кипелки" и заменить газоподводящую трубку 5 на стеклянную пробку 14. Нагревая реакционную колбу 6 с помощью колбонагревателя, собрать фракцию, кипящую при температуре 75-80 °С (не выше!) во взвешенный приемник 12. Отсоединить приемник 12 от прибора, закрыть его стеклянной пробкой и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход хлорида тионила.

Что осталось в реакционной колбе 6?

Общая характеристика полученного вещества

Хлорид тионила – бесцветная сильно светопреломляющая жидкость. Температура кипения 76 °С. При нагревании выше 85 °С начинает разлагаться. Полностью гидролизуется водой.

Изучение некоторых свойств хлорида тионила

Несколько капель полученного хлорида тионила осторожно налить в стакан с водой (*в вытяжном шкафу!*). *Что происходит?*

Используя необходимые качественные реакции, определить продукты гидролиза хлорида тионила. *Написать уравнения всех реакций.*

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 230.

2. Голубенко А.Н., Самойлов П.П., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 3. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 22.

Глава 3. Элементы 15 группы

3.1. Азот

3.1.1. Водородные соединения азота

Аммиак и соли аммония

Аммиак раздражающе действует на дыхательные пути.

Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

Получение и свойства аммиака

1. В небольшом сухом стаканчике приготовить смесь, состоящую из ~0,5 г хлорида аммония и ~0,5 г гидроксида кальция. Перенести смесь в пробирку и нагреть ее в пламени спиртовки. Поднести к пробирке полоску фильтровальной бумаги, смоченную концентрированной соляной кислотой. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

Как получают аммиак в промышленности?

2. Налить в пробирку ~1 мл концентрированного раствора аммиака и осторожно поместить в него немного (на кончике шпателя) твердого гидроксида натрия. Поднести к пробирке полоску универсальной индикаторной бумаги, смоченную водой. *Что наблюдается?*

Какова растворимость газообразного аммиака в воде при комнатной температуре?

Какие равновесия устанавливаются при растворении аммиака в воде? Написать уравнения соответствующих реакций и выражение для константы K_b .

3. Налить в пробирку 2-3 капли бромной воды и добавить по каплям при перемешивании концентрированный раствор аммиака до исчезновения первоначальной окраски брома. *Написать уравнение реакции. Какие свойства проявляет аммиак в этом опыте?*

Термическое разложение солей аммония

1. Аммонийные соли ортофосфорной кислоты

Поместить в фарфоровый тигель немного гидро- или дигидрофосфата аммония и осторожно нагреть в пламени спиртовки. Поднести к тиглю влажную полоску универсальной индикаторной бумаги. *Как изменился цвет индикатора? Какой газ выделяется при разложении соли? Какое вещество осталось в тигле после нагревания?*

2. Хлорид аммония

В фарфоровый тигель 1 (рис. 12) насыпать ~0,3 г хлорида аммония. Тигель поместить в фарфоровый треугольник 2, укрепленный на кольце штатива 3. Закрыть тигель перевернутой сухой воронкой 4, закрепленной в лапке штатива 5. Осторожно нагреть содержимое тигля в пламени спиртовки 6. *Что наблюдается? Является ли наблюдаемый процесс возгонкой в строгом понимании?*

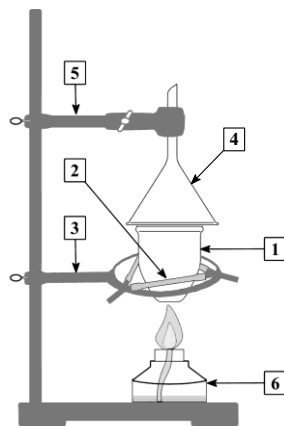


Рис. 12. Возгонка NH_4Cl
1 – тигель; 2 –треугольник;
3 – кольцо; 4 – воронка;
5 – лапка; 6 – спиртовка

3. Дихромат аммония

На асбестовую пластину поместить 3-4 шпателя дихромата аммония в форме небольшой горки. В центр полученной горки внести стеклянную палочку, предварительно разогретую в пламени спиртовки. *Что происходит?*

Написать уравнения всех реакций. Чем объясняется разный характер разложения твердых аммонийных солей при нагревании?

Соли гидразиния и гидроксиламиния

Все соединения гидразина и гидроксилamina ядовиты, необходимо соблюдать осторожность!

После проведения опытов тщательно вымыть руки с мылом.

1. В одну пробирку налить ~1 мл иодной воды, в другую – такой же объем раствора иодата калия. В обе пробирки добавить по ~1 мл раствора сульфата гидразиния. Если в какой-то из пробирок не наблюдается признаков протекания реакции, слегка нагреть пробирку в пламени спиртовки. *Что происходит? Написать уравнения реакций. Как зависит характер продуктов реакции сульфата гидразиния с иодатом калия от молярного соотношения реагентов?*

2. Растворить несколько кристаллов хлорида гидроксиламиния в 2-3 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора на универсальную индикаторную бумагу. *Отметить pH раствора и дать необходимые пояснения.*

Разлить приготовленный раствор в две пробирки. В одну пробирку прилить несколько капель иодной воды, в другую – несколько капель подкисленного раствора перманганата калия. *Что происходит? Написать уравнения реакций.*

3. В пробирку внести небольшое количество (на кончике шпателя) твердого хлорида гидроксиламиния, прилить ~1 мл разбавленного раствора гидроксида натрия и добавить немного металлического алюминия. *Какой газ выделяется? Осторожно нагреть пробирку и поднести к ее отверстию влажную индикаторную бумагу. Написать уравнения реакций.*

На основании проведенных экспериментов сделать вывод, какими свойствами в О-В реакциях обладают соединения гидразина и гидроксилamina.

3.1.2. Кислородсодержащие соединения азота

Оксиды азота

Оксиды азота являются токсичными веществами.

Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

Оксид азота(I)

Собрать установку, изображенную на рис. 13. В сухую пробирку 1 поместить ~2 г нитрата аммония и наклонно закрепить ее в лапке штатива 2. Закрывать пробирку пробкой с газоотводной трубкой 3 и осторожно нагревать содержимое пробирки в пламени спиртовки 4.

Спустя ~1 мин после расплавления соли и начала газовой выделения (для полноты вытеснения воздуха из установки) собрать оксид азота(I) в пробирку 5 под водой в кристаллизаторе 6. Внести в пробирку с собранным газом тлеющую лучинку. *Что наблюдается?*

Написать уравнения реакций.

Как можно отличить оксид азота(I) от кислорода?

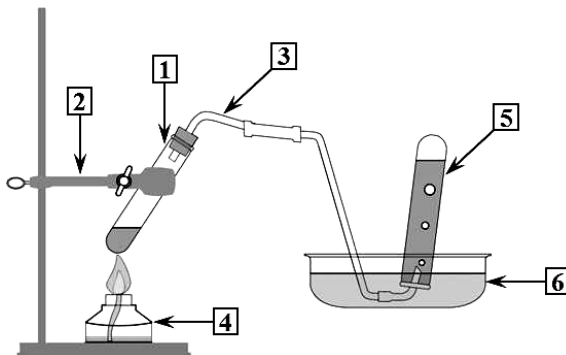


Рис. 13. Установка для получения оксида азота(I)

1 – пробирка; 2 – лапка; 3 – газоотводная трубка; 4 – спиртовка
5 – пробирка для сбора газа; 6 – кристаллизатор с водой

Оксид азота(II)

Собрать установку, изображенную на рис. 14. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить 3-4 г медных стружек. В капельную воронку 2 налить ~30 мл разбавленной (в соотношении 1:1 по объему) азотной кислоты. Слянку Дрекселя 3 заполнить 10 %-ным раствором щелочи (для чего?). Приоткрыть кран капельной воронки 2 и постепенно добавлять раствор азотной кислоты в колбу 1 для получения равномерного тока газа.

Собрать оксид азота(II) в пробирку 5 под водой. Открыть пробирку с собранным оксидом азота(II). Что наблюдается?

Написать уравнения реакций.

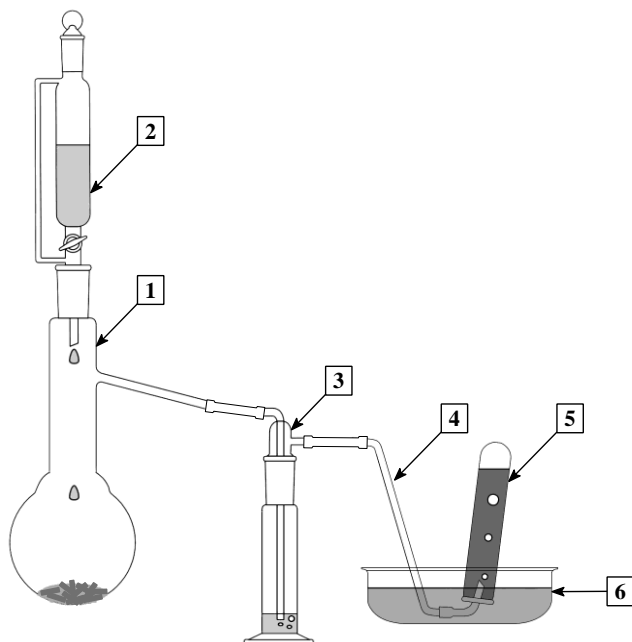


Рис. 14. Установка для получения оксида азота(II)

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – слянка Дрекслея;
4 – газоотводная трубка; 5 – пробирка; 6 – кристаллизатор с водой

Оксид азота(III)

Собрать прибор, изображенный на рис. 15. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~5 г крахмала, в капельную воронку 2 налить ~25 мл 50 %-ного раствора азотной кислоты. U-образную трубку 3 заполнить оксидом фосфора(V), нанесенным на стекловату. Вторую U-образную трубку-приемник 4 присоединить к хлоркальциевой трубке 5, наполненной безводным хлоридом кальция. Погрузить трубку-приемник 4 в кристаллизатор 6 с охлаждающей смесью (смесь льда с хлоридом натрия) и выдержать в течение 10-15 мин при охлаждении (*температура охлаждающей смеси не должна быть выше -5°C*).

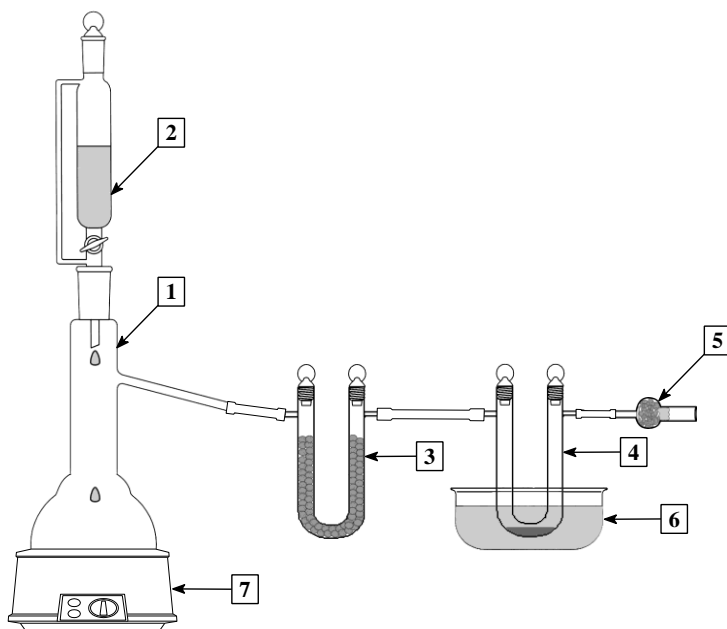


Рис. 15. Установка для получения оксида азота(III)

- 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка;
3 – U-образная трубка с оксидом фосфора(V);
4 – U-образная трубка-приемник; 5 – хлоркальциевая трубка;
6 – кристаллизатор с охлаждающей смесью; 7 – колбонагреватель

Добавлять по каплям раствор азотной кислоты к крахмалу при нагревании колбонагревателем 7, поддерживая при этом температуру охлаждающей смеси в кристаллизаторе 6 не выше -5°C .

После того, как в приемнике 4 образуется ~ 5 мл жидкости, вылить ее в небольшой стакан (объемом 25 мл) с кусочками льда. *Что наблюдается?*

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

Оксид азота(IV)

Собрать прибор, изображенный на рис. 16. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~ 5 г медных стружек. В капельную воронку 2 налить ~ 20 мл концентрированной азотной кислоты. Приоткрыть кран капельной воронки 2 и постепенно добавлять азотную кислоту в колбу 1.

а) Опустить газоотводную трубку 3 в пробирку 4 с ~ 1 мл дистиллированной воды и пропустить бурый газ в течение 1-2 мин. С помощью универсальной индикаторной бумаги оценить pH образовавшегося раствора.

б) Пропустить выделяющийся газ через разбавленный раствор гидроксида натрия.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

Как изменяется состав продуктов реакции азотной кислоты с металлами в зависимости от активности металлов и концентрации азотной кислоты? Подтвердите ответ 3-4 примерами уравнений реакций.

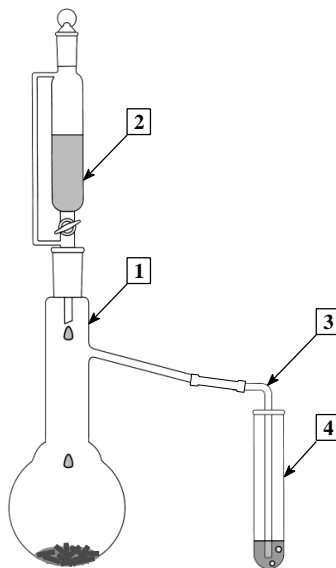


Рис. 16. Установка для получения NO_2

- 1 – колба Вюрца;
- 2 – капельная воронка;
- 3 – газоотводная трубка;
- 4 – пробирка

Азотистая кислота и ее соли

Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

1. Растворить немного ($\sim 1/3$ шпателя) твердого нитрита калия в ~ 1 мл воды, охладить раствор в бане со льдом и добавить к нему ~ 1 мл охлажденной во льду разбавленной серной кислоты. *Что наблюдается? Зачем необходимо охлаждать сливаемые растворы?*

2. Налить в пробирку ~ 1 мл раствора перманганата калия и подкислить 5-6 каплями раствора серной кислотой. К полученному раствору добавить ~ 1 мл нитрита калия. *Что происходит?*

Провести аналогичный опыт с подкисленным раствором дихромата калия. *Отметить наблюдаемые изменения.*

3. К ~ 1 мл подкисленного раствора иодида калия в пробирке добавить раствор нитрита калия. *Что наблюдается?*

4. В пробирку налить ~ 1 мл раствора гидроксида натрия, добавить немного (на кончике шпателя) твердого нитрита калия и 1-2 гранулы цинка. Подогреть реакцию смесь в пламени спиртовки и поднести к отверстию пробирки полоску влажной индикаторной бумагу. *Что наблюдается?*

Написать уравнения всех реакций и на основании проведенных экспериментов сделать вывод о наиболее характерных свойствах азотистой кислоты и ее солей.

Термическая устойчивость нитратов

Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

1. Поместить в фарфоровый тигель ~ 1 г нитрата калия, расплавить соль, а затем нагревать расплав в течение ~ 10 мин. *Что наблюдается?* После застывания плава растворить его в воде. *Оценить pH раствора с помощью полоски универсальной индикаторной бумаги. Добавить полученный раствор к раствору иодида калия, подкисленному серной кислотой. Что наблюдается?*

2. Расплавить в тигле ~ 2 г нитрата калия и осторожно бросить в расплав тлеющий уголек или кусочек серы. *Что происходит? Что такое "черный порох" и чем обусловлена его вспышка?*

3. В фарфоровый тигель поместить немного ($\sim 1/3$ шпателя) твердого нитрата меди(II) и прокалить. *Как изменяется цвет вещества при прокаливании?*

Какие продукты образуются при прокаливании нитрата серебра?

Написать уравнения всех реакций.

3.2. Фосфор

3.2.1. Кислородсодержащие соединения фосфора(V)

1. В небольшой стакан (объемом 25 мл) налить ~ 10 мл воды и осторожно внести (*наденьте очки и перчатки*) немного (на кончике стеклянного шпателя) оксида фосфора(V). *Какая кислота образуется при этом?*

Добавить к полученному раствору 3-4 капли раствора серной кислоты, накрыть стакан часовым стеклом и прокипятить раствор 1-2 мин на плитке. Охладить раствор до комнатной температуры и проверить содержание в нем ортофосфат-ионов. Для этого налить в пробирку ~ 1 мл полученного раствора, добавить равный объем "молибденовой жидкости"* и слегка нагреть содержимое пробирки в пламени спиртовки.

Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.

2. В две пробирки налить по ~ 1 мл раствора гидрофосфата натрия. В первую пробирку добавить равный объем хлорида кальция, во вторую – 2-3 капли раствора нитрата серебра.

Испытать отношение полученных осадков к раствору азотной кислоты.

Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.

Будут ли выпадать осадки, если вместо гидрофосфата использовать дигидрофосфат натрия? Ответ обосновать.

* "Молибденовая жидкость" представляет собой раствор молибдата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ в азотной кислоте.

3. Приготовить в пробирке раствор "магнезиальной смеси". Для этого налить в пробирку ~0,5 мл хлорида магния, прилить по каплям при перемешивании концентрированный раствор аммиака до образования осадка, а затем добавить к реакционной смеси насыщенный раствор хлорида аммония до растворения первоначально образовавшегося осадка. К полученной "магнезиальной смеси" добавить ~1 мл раствора гидрофосфата натрия. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3.3. Сурьма и висмут

3.3.1. Металлические сурьма и висмут

В две пробирки налить по 1–2 мл подкисленных растворов солей сурьмы(III) и висмута(III). Внести в каждую пробирку по 1-2 гранулы цинка. *Что наблюдается?*

После окончания реакции осторожно слить растворы и отделить металлические сурьму и висмут от остатков цинка. Испытать отношение полученных осадков к концентрированной азотной кислоте. При необходимости реакционную смесь можно подогреть.

В чем отличие действия концентрированной азотной кислоты на сурьму и висмут? Написать уравнения реакций.

Взаимодействуют ли сурьма и висмут с разбавленным раствором серной кислоты и раствором щелочи? Объяснить, используя величины стандартных электродных потенциалов.

3.3.2. Соединения сурьмы(III) и висмута(III)

Получение и свойства $Sb_2O_3 \cdot nH_2O$

К ~1 мл раствора трихлорида сурьмы в пробирке прилить раствор карбоната натрия до слабощелочной реакции. *Что наблюдается?* Нагреть реакционную смесь для удаления диоксида углерода. Промыть полученный осадок 2-3 раза горячей водой методом декантации. Испытать отношение полученного оксида

сурьмы(III) к растворам соляной кислоты и гидроксида натрия. *Написать уравнения всех реакций.*

К какому классу оксидов относится оксид сурьмы(III)? Можно ли получить $Sb_2O_3 \cdot nH_2O$ действием щелочи на соль сурьмы(III)?

Получение и свойства $Bi(OH)_3$

Налить в пробирку ~1 мл раствора соли висмута(III) и добавить по каплям раствор гидроксида натрия. Образовавшийся осадок разделить на две пробирки. В первую пробирку добавить разбавленную азотную кислоту, во вторую – раствор гидроксида натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

К какому классу гидроксидов относится гидроксид висмута(III)?

Гидролиз солей сурьмы и висмута

В две пробирки с водой поместить немного твердых солей сурьмы(III) и висмута(III). *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

Каким образом можно приготовить прозрачные растворы солей сурьмы(III) и висмута(III)? Сравнить реакции гидролиза солей сурьмы(III) и висмута(III) с гидролизом трихлорида фосфора.

Сульфиды и тиосоли

В две пробирки налить по ~1 мл растворов солей сурьмы(III) и висмута(III). В каждую пробирку добавить по каплям при перемешивании небольшое количество раствора сульфида натрия. *Каков цвет образовавшихся осадков?*

К осадкам добавить избыток концентрированного раствора сульфида натрия. *Что наблюдается?*

Образует ли висмут(III) тиосоли?

К раствору полученной тиосоли добавить раствор соляной кислоты. *Что происходит?*

Написать уравнения реакций.

3.3.3. Соединения сурьмы(V) и висмута(V)

Получение и свойства $Sb_2O_5 \cdot nH_2O$

В небольшую фарфоровую чашку поместить ~0,1 г металлической сурьмы и добавить ~5 мл концентрированной азотной кислоты. Смесь нагреть на водяной бане до полного окисления металлической сурьмы. Разбавить реакционную смесь водой. Отделить раствор от осадка и промыть осадок водой путем декантации. Разделить полученное вещество на две части.

К первой части осадка добавить концентрированную соляную кислоту. При необходимости реакционную смесь подогреть. Поднести к пробирке полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором иодида калия. *Что наблюдается?*

Ко второй части осадка добавить раствор гидроксида натрия. *Что наблюдается?*

Какие свойства проявляет сурьмяная кислота в этих опытах? Написать уравнения всех реакций.

Получение и свойства висмутата калия

К ~1 мл раствора соли висмута(III) в пробирке добавить по каплям раствор гидроксида калия. К образовавшемуся осадку добавить ~ $\frac{1}{3}$ шпателя твердого пероксодисульфата калия и осторожно нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается?* Промыть осадок водой (2-3 раза порциями по ~1 мл) и использовать далее.

Налить в пробирку 1-2 мл 10 %-ного раствора азотной кислоты, 1-2 капли раствора сульфата марганца(II) и добавить немного полученного ранее висмутата калия. При необходимости пробирку слегка нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается?*

Написать уравнения всех реакций. Сделать вывод об O-B свойствах висмутата калия.

Сульфиды и тиосоли

Налить в пробирку ~1 мл раствора соли сурьмы(III) и добавить равный объем раствора сульфида натрия. Отделить полученный осадок декантацией и добавить к нему раствор полисульфида натрия до растворения.

К ~1 мл полученного раствора тиосоли сурьмы добавить раствор соляной кислоты. *Что происходит?*

Написать уравнения реакций.

3.4. Синтезы соединений азота и сурьмы

3.4.1. Жидкий аммиак

Аммиак оказывает раздражающее действие на слизистую оболочку глаз и верхние дыхательные пути. Все опыты с ним проводить в вытяжном шкафу!

Гептан огнеопасен, следует работать вдали от огня!

Сосуд Дьюара представляет собой стеклянную емкость с двойными стенками, воздух между которыми откачан. Работать с сосудом Дьюара необходимо в защитных очках!

Жидкий азот при попадании на кожу вызывает болезненные ожоги. Не допускать попадания капель жидкого азота на открытые участки кожи! Нельзя прикасаться руками к охлаждаемым частям установки. Работать в перчатках!

Получение жидкого аммиака

Собрать установку, изображенную на рис. 17. Все части установки должны быть сухими и соединяться друг с другом герметично при помощи коротких отрезков шланга.

Колбу Вюрца 1 объемом 250 мл заполнить на $\sim 1/3$ объема твердым гидроксидом натрия, в капельную воронку 2 налить 25 %-ный водный раствор аммиака (не более $2/3$ ее объема). Колбу 1 соединить с U-образной трубкой 3, заполненной твердой щелочью.

Почему нельзя использовать в качестве осушителя концентрированную серную кислоту, прокаленный хлорид кальция или оксид фосфора(V)?

К U-образной трубке 3 присоединить приемник 4 для конденсации аммиака. Приемник 4 опустить в сосуд Дьюара 5, заполненный *n*-гептаном на $\sim 1/2$ его объема.

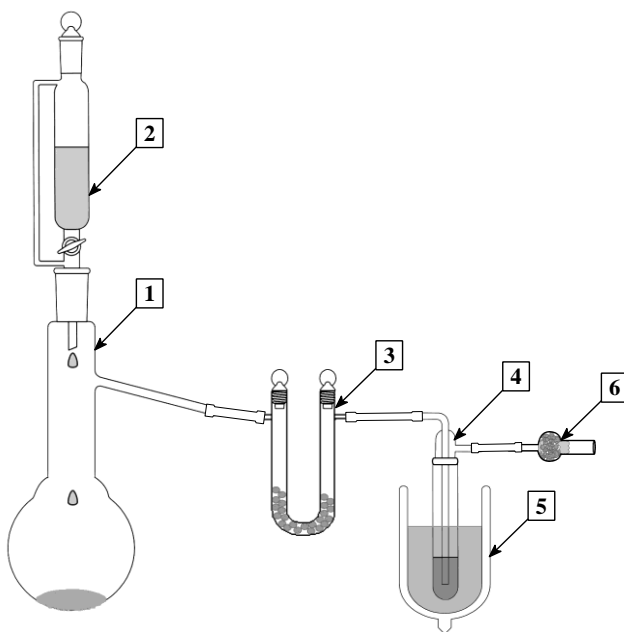


Рис. 17. Установка для получения аммиака и его последующего сжижения

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка;
 3 – U-образная трубка; 4 – приемник; 5 – сосуд Дьюара;
 6 – хлоркальциевая трубка, заполненная щелочью

Осторожно добавить в сосуд Дьюара 5 жидкий азот, не допуская образования твердого гептана. Охладить приемник 4, осторожно опустив его в охлаждающую смесь в сосуде Дьюара.

Приливать по каплям концентрированный раствор аммиака из капельной воронки 2 к щелочи в колбе Вюрца 1. Во время проведения эксперимента необходимо периодически добавлять жидкий азот в сосуд Дьюара 5, в который погружен приемник 4, следя за тем, чтобы охлаждающая смесь не содержала твердый гептан.

Когда в приемнике 4 соберется 10-15 мл жидкого аммиака, отсоединить приемник от прибора (не вынимая из сосуда Дьюара). Полученный жидкий аммиак использовать для изучения его свойств.

Общая характеристика аммиака

При н.у. аммиак – бесцветный газ с резким запахом, очень хорошо растворимый в воде (при 16 °С в 1 объеме воды растворяется 800 объемов аммиака). При охлаждении ниже –33,4 °С при атмосферном давлении аммиак превращается в бесцветную жидкость, ниже –77,8 °С затвердевает. Жидкий аммиак – хороший водоподобный растворитель.

Изучение некоторых свойств жидкого аммиака

1. Проверить электропроводность жидкого аммиака с помощью прибора, изображенного на рис. 18 и состоящего из двух платиновых электродов 2, электрической лампы накаливания 3 и источника тока 4.

Для этого налить немного жидкого аммиака из приемника в небольшой стакан (приемник с жидким аммиаком тотчас опустить обратно в сосуд Дьюара с охлаждающей смесью). Поместить в жидкий аммиак в стакане платиновые электроды и включить прибор. Не дожидаясь заметного испарения аммиака в стакане, выполнить следующий опыт.

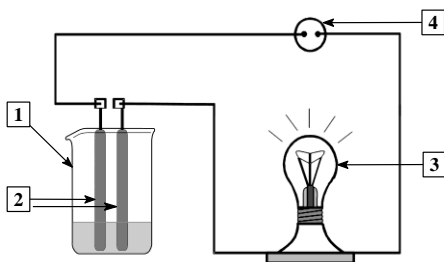


Рис. 18. Установка для испытания электропроводности

1 – стакан; 2 – платиновые электроды;
3 – лампа; 4 – источник тока

2. Кусочек металлического натрия (*соблюдать правила безопасной работы с металлическим натрием!*) величиной с небольшую горошину, очищенный от керосина и оксидной пленки, опустить в стакан с жидким аммиаком.

Описать наблюдаемые явления. Чем объясняется появление окраски жидкого аммиака при растворении в нем натрия?

Проверить, изменилась ли электропроводность раствора после добавления натрия.

Почему при стоянии растворов натрия в жидком аммиаке из них выделяется водород? Какое вещество остается в стакане после испарения аммиака?

Осторожно добавить к сухому остатку несколько капель воды. Что происходит?

Составить уравнения проведенных реакций.

На основании Ваших наблюдений и литературных данных выявить сходство и различие между водой и жидким аммиаком как растворителями. Каковы значения констант самоионизации жидкого аммиака и воды? Какие «необычные» химические реакции могут протекать в среде жидкого аммиака?

Литературные источники

1. Мороз Б.Л., Юсенко К.В. Неорганический синтез. Часть 1. Новосибирск: Изд-во СУНЦ НГУ, 2007. С. 58.

2. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 127.

3.4.2. Нитрид магния (способ 1)

Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

Будьте осторожны при работе с высокотемпературной печью!

Получение Mg_3N_2 при взаимодействии Mg с N_2

Собрать установку, изображенную на рис. 19. В *предварительно взвешенной* лодочке 2 взвесить ~0,5 г порошка магния. Внести лодочку в трубку 4, помещенную в трубчатую электрическую печь 3. В склянку Дрекселя 1 налить раствор концентрированной серной кислоты. Соединить все детали установки при помощи коротких шлангов и проверить ее герметичность.

Заполнить установку азотом из баллона и установить равномерный ток газа (3-4 пузырька в секунду). Через ~5 мин включить нагревание печи (~700 °С). Нагревание вести в течение ~1 ч, наблюдая за лодочкой с магнием (в случае сильного разогревания магния отключить печь).

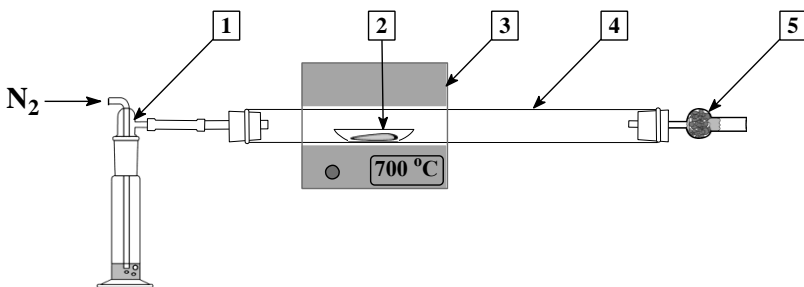


Рис. 19. Установка для получения нитрида магния взаимодействием магния с азотом

1 – склянка Дрекселя; 2 – лодочка; 3 – трубчатая печь; 4 – реакционная трубка; 5 – хлоркальциевая трубка

По окончании реакции выключить печь и охладить трубку в слабом токе азота до комнатной температуры. Извлечь лодочку с продуктом реакции и *быстро взвесить*.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта в % от теоретического.

Общая характеристика полученного вещества и изучение его свойств представлены в синтезе 3.9.

3.4.3. Нитрид магния (способ 2)

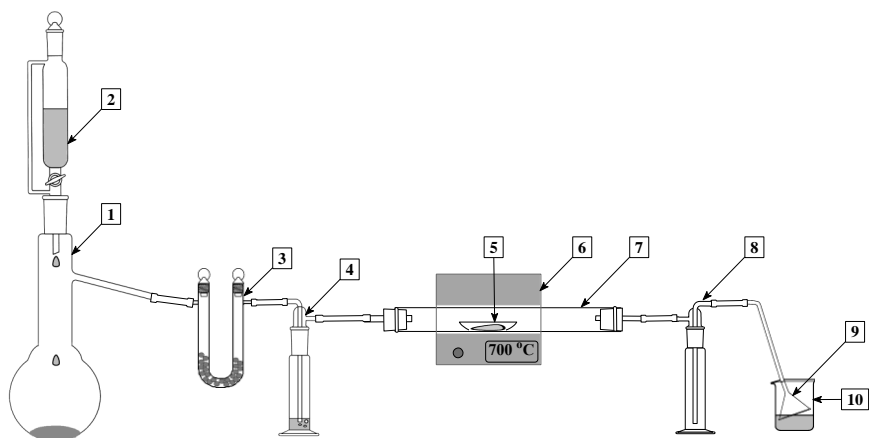
Все опыты следует проводить в вытяжном шкафу!

Будьте осторожны при работе с высокотемпературной печью!

Следует работать вдали от огня!

Получение Mg_3N_2 при взаимодействии Mg с NH_3

Собрать установку, изображенную на рис. 20. Колбу Вюрца 1 объемом 250 мл заполнить примерно на $\frac{1}{3}$ объема твердым гидроксидом натрия, в капельную воронку 2 налить 25 %-ный водный раствор аммиака (не более $\frac{2}{3}$ ее объема). Колбу 1 соединить с U-образной трубкой 3, заполненной твердой щелочью. В склянку Дрекселя 4 налить вазелиновое масло для счета пузырьков газа.



**Рис. 20. Установка для получения нитрида магния
взаимодействием магния с аммиаком**

- 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – U-образная трубка;
4 – склянка Дрекслея (счетчик пузырьков); 5 – лодочка;
6 – трубчатая печь; 7 – реакционная трубка;
8 – предохранительная склянка; 9 – воронка; 10 – стакан

В *предварительно взвешенной* лодочке 5 взвесить $\sim 0,5$ г порошка магния. Внести лодочку в трубку 7, помещенную в трубчатую электрическую печь 6. К концу трубки 7 подсоединить предохранительную склянку Дрекслея 8 с воронкой 9, погруженной в стакан 10 с разбавленным раствором серной кислоты (*обратите внимание на порядок присоединения склянки Дрекслея 8*).

Проверить герметичность системы!

Пропускать через установку равномерный ток аммиака (3-4 пузырька в секунду в склянке Дрекслея 4) в течение ~ 5 мин. Затем включить нагревание печи (~ 700 °C). Нагревание вести ~ 1 ч (при сильном разогревании магния нагревание печи прекратить, *продолжая пропускать ток аммиака*). По истечении времени реакции печь отключить и охладить до комнатной температуры всю систему в токе аммиака. Извлечь лодочку с веществом и *быстро взвесить*.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта в % от теоретического.

Общая характеристика полученного продукта

Нитрид магния – светло-желтое (с зеленоватым оттенком) вещество. Неустойчив на воздухе. Быстро гидролизуется водой. При нагревании выше 500 °С окисляется кислородом.

Изучение некоторых свойств нитрида магния

Проверить отношение нитрида магния к воде. Для этого поместить немного полученного препарата в пробирку и добавить ~1 мл воды. Поднести к отверстию пробирки влажную полоску универсальной индикаторной бумаги. *Как изменился цвет индикатора?*

К оставшейся в пробирке взвеси прибавить по каплям раствор хлорида аммония до растворения осадка. К полученному раствору добавить несколько капель раствора ортофосфата натрия или калия. *Что наблюдается? Каков состав выпавшего осадка?*

Написать уравнения всех реакций.

Литературные источники

1. Голубенко А.Н., Могилевкина М.Ф., Слюдкин О.П. Практикум по неорганической химии. Выпуск 4. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1994. С. 4.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 3. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 983.

3.4.4. Сульфат гидразиния

Сульфат гидразиния очень ядовит!

Получение сульфата гидразиния, $N_2H_6SO_4$

Сульфат гидразиния синтезируют окислением карбамида (мочевины) гипохлоритом натрия при пониженной температуре.

а) Приготовление раствора гипохлорита натрия

Для приготовления раствора гипохлорита натрия собрать в вытяжном шкафу установку для получения хлора (см. стр. 7), исключив из этой установки склянку Дрекселя 4 с концентрированной

серной кислотой. В коническую колбу объемом 100 мл поместить ~15 г льда (заранее приготовленного из дистиллированной воды) и раствор гидроксида натрия (~8 г гидроксида натрия растворить в 15 мл охлажденной дистиллированной воды). Колбу поместить в кристаллизатор со льдом и выдержать в течение ~10 мин. Через охлаждаемый раствор гидроксида натрия пропускать в течение ~1 ч ток хлора со скоростью 2-3 пузырька в секунду, *температура раствора при этом не должна превышать 5 °С*. Пока протекает реакция подготовить все необходимое для получения сульфата гидразиния. *После окончания пропускания хлора сохранять раствор NaClO при 0 °С!*

б) Получение сульфата гидразиния, $(\text{N}_2\text{H}_6)\text{SO}_4$

Собрать в вытяжном шкафу установку, изображенную на рис. 21. В химический стакан 1 объемом 100 мл налить раствор гидроксида натрия (~8 г NaOH растворить в 15 мл дистиллированной воды). Охладить раствор в кристаллизаторе 2 со смесью льда и соли до 0 °С. При перемешивании на магнитной мешалке 3 добавить катализатор – раствор ~0,15 г $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в ~1 мл воды. Внести навеску ~3,5 г мочевины и понизить температуру реакционной смеси до -5 °С. При перемешивании добавить из капельной воронки 4 полученный ранее раствор гипохлорита натрия. *Температура реакционной смеси в стакане 1 даже в конце реакции не должна быть выше 5 °С!*

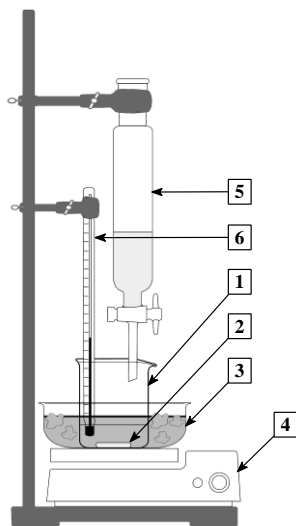


Рис. 21. Установка для получения $(\text{N}_2\text{H}_6)\text{SO}_4$
 1 – стакан; 2 – кристаллизатор;
 3 – магнитная мешалка;
 4 – капельная воронка;
 5 – термометр

По окончании добавления раствора гипохлорита натрия убрать кристаллизатор 3, и продолжать перемешивать реакционную смесь без охлаждения в течение ~15 мин. Затем медленно, со скоростью 2 °С в мин, нагреть раствор в стакане 1 до 65 °С. Затем снять стакан с мешалки и оставить.

Полученный раствор охладить до комнатной температуры и перелить в капельную воронку. При интенсивном перемешивании на магнитной мешалке добавить раствор из капельной воронки к 35 мл 50 %-ного раствора серной кислоты в стакане объемом 250 мл. *Температура реакционной смеси при этом не должна подниматься выше 40-50 °С!*

Охладить раствор до комнатной температуры. Отфильтровать образовавшийся сульфат гидразиния на стеклянном пористом фильтре (40 пор). Промыть осадок 2-3 раза охлажденной водой (порциями по ~3 мл), затем ~5 мл спирта. Высушить полученное вещество током воздуха при включенном водоструйном насосе (в течение 10-15 мин), перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнения всех реакций и рассчитать выход сульфата гидразиния в % от теоретического.

В чем преимущество этого метода получения сульфата гидразиния по сравнению с широко известным методом Рашига?

Общая характеристика полученного продукта

Сульфат гидразиния – белое кристаллическое вещество, ограниченно растворимое в воде (2,9 г в 100 г воды при 20 °С; 14,4 г – при 80 °С), нерастворимо в этиловом спирте. При нагревании выше 250 °С плавится с разложением.

Изучение некоторых свойств сульфата гидразиния

1. Часть полученного вещества растворить в воде и провести реакции, доказывающие присутствие сульфата гидразиния в растворе.

Написать уравнения проведенных реакций.

2. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000-400 см⁻¹. *Сравнить спектр полученного Вами вещества*

с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Зломанова В.П. Изд-во МГУ, 1994. С. 121.

2. Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. М.: Химия, 1974. С. 93.

3.4.5. Дымящая азотная кислота

Работать с дымящей азотной кислотой следует в вытяжном шкафу, в перчатках и очках!

Получение дымящей азотной кислоты, HNO_3

Собрать установку, изображенную на рис. 22. Все части установки должны быть сухими и соединяться друг с другом при помощи шлифов без применения вакуумной смазки.

В круглодонную колбу 1 объемом 100 мл поместить ~30 г нитрата калия и добавить концентрированную серную кислоту так, чтобы она полностью смочила соль (~20 мл). Круглодонную колбу 1 с помощью насадки Вюрца 2, снабженной термометром 3, соединить с прямым холодильником 4. К боковому отводу аллонжа 5 присоединить хлоркальциевую трубку 6, заполненную безводным хлоридом кальция. Заранее подготовить предварительно взвешенную вместе со стеклянной пробкой колбу-приемник 7 объемом 25-50 мл.

В процессе работы сначала отгоняется азеотропная смесь азотной кислоты с водой, содержащая ~70 % HNO_3 , поэтому первые 3-4 мл образующегося дистиллята необходимо собирать в мерную пробирку на шлифе, помещенную в кристаллизатор 8 с охлаждающей смесью (смесь льда с хлоридом натрия).

Осторожно нагреть реакционную колбу 1 с помощью колбонагревателя 9 и собрать первые 3-4 мл «предгона». Затем колбу для сбора первой фракции быстро заменить на подготовленную ранее взвешенную колбу-приемник 7 (ее тоже необходимо поместить в кристаллизатор с охлаждающей смесью) и продолжать нагревание

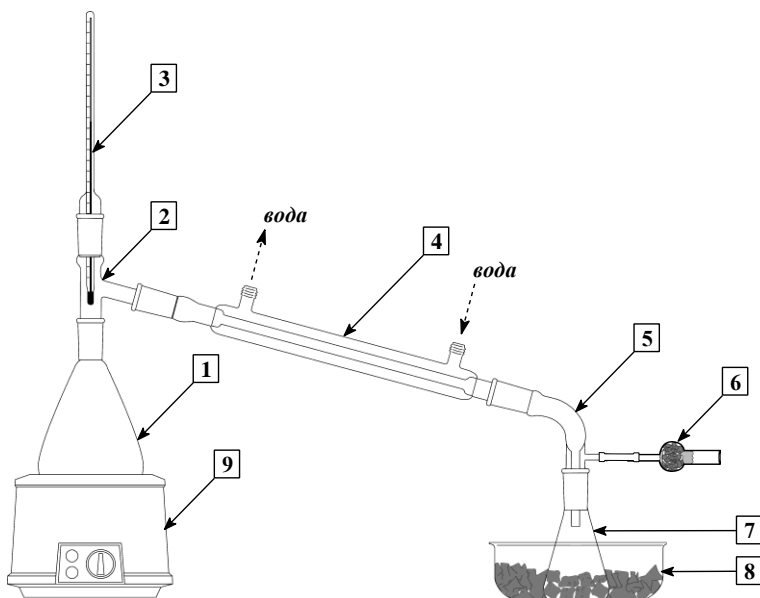


Рис. 22. Установка для получения дымящей азотной кислоты
 1 – круглодонная колба; 2 – насадка Вюрца; 3 – термометр;
 4 – прямой холодильник; 5 – аллонж; 6 – хлоркальциевая трубка;
 7 – колба-приемник; 8 – кристаллизатор; 9 – колбонагреватель

до полного прекращения отгонки жидкости (при необходимости можно усилить нагревание).

Во время перегонки следить за показаниями термометра, записать температуру, при которой отгоняется основное количество азотной кислоты.

После охлаждения установки до комнатной температуры осторожно отсоединить колбу-приемник от аллонжа и закрыть ее стеклянной пробкой (той же, с которой предварительно взвешивали колбу-приемник). Определить массу полученного продукта.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход дымящей азотной кислоты (в расчете на безводное вещество) в % от теоретического.

Почему дымящая азотная кислота имеет красно-бурый цвет?

Общая характеристика полученного продукта

Безводная азотная кислота – бесцветная дымящая на воздухе жидкость (плотность при 20 °С 1,51 г/см³), кипящая при 83 °С с частичным разложением. Дымящая азотная кислота ($\omega(\text{HNO}_3) = 95-98 \%$) представляет собой красно-бурую дымящую на воздухе жидкость. С водой образует азеотропную смесь ($\omega(\text{HNO}_3) = 68 \%$, плотность при 20 °С 1,41 г/см³), кипящую при 121 °С. Растворимость азотной кислоты в воде не ограничена.

Изучение некоторых свойств дымящей азотной кислоты

1. Оценить плотность полученной дымящей азотной кислоты и по значению плотности найти процентную концентрацию HNO_3 . Для этого можно осторожно перелить полученную дымящую азотную кислоту в сухой мерный цилиндр и определить ее плотность с помощью ареометра. Если количество полученного продукта не позволяет воспользоваться ареометром, *предложить альтернативный способ определения плотности. Перед проведением предложенного Вами эксперимента обсудить его с преподавателем.*

2. Осторожно налить в пробирку ~1 мл дымящей азотной кислоты. Закрепить пробирку в лапке штатива, нагреть ее в пламени спиртовки и внести тлеющую лучинку. *Что наблюдается?*

3. Закрепить пробирку, содержащую ~1 мл полученной азотной кислоты, в лапке штатива и нагреть ее в пламени спиртовки. Осторожно внести в пробирку небольшое количество (на кончике шпателя) порошка сульфида железа(II). *Что происходит?*

4. Провести опыт, как описано в пункте 3, заменив сульфид железа(II) фосфором. После охлаждения пробирки до комнатной температуры, добавить к ее содержимому раствор молибдата аммония и слегка подогреть. *Отметить все изменения.*

Написать уравнения всех реакций.

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Зломанова В.П. Изд-во МГУ, 1994. С. 127.

2. Мороз Б.Л., Юсенко К.В. Неорганический синтез. Часть 1. Новосибирск: Изд-во СУНЦ НГУ, 2007. С. 58.

3.4.6. Гидросульфат нитрозила (нитрозилсерная кислота)

Работу проводить в вытяжном шкафу, в перчатках и очках!

Получение нитрозилсерной кислоты, $(NO)HSO_4$

Нитрозилсерную кислоту получают при пропускании сухого диоксида серы через дымящую азотную кислоту (синтез **3.11**, стр. 72).

Собрать установку, изображенную на рис. 23. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~30 г сульфата натрия, добавить 25-30 мл воды и перемешать. В капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту. Последовательно присоединить к колбе Вюрца склянку Дрекселя 3 с концентрированной серной кислотой и U-образную трубку 4, заполненную нанесенным на стекловолокно оксидом фосфора(V). В трехгорлую колбу-реактор 5 осторожно налить 8-10 мл дымящей азотной кислоты и охладить ее в течение ~10 мин в кристаллизаторе 6 со льдом и хлоридом натрия. В одно горло колбы 5 вставить трубку с большим внутренним диаметром, доходящую почти до дна, во второе – термометр 7, а третье горло соединить с хлоркальциевой трубкой 8, заполненной безводным хлоридом кальция.

Приоткрыть кран капельной воронки и *очень медленно* (со скоростью не более 5-6 пузырьков в мин) пропускать ток сухого диоксида серы через дымящую азотную кислоту до ее практически полного превращения в кристаллическую массу.

Не допускать сильного тока пропускания SO_2 , т.к. при этом происходит резкое повышение температуры реакционной смеси! Нельзя допускать повышения температуры в колбе 5 выше 0 °С, поскольку это приводит к быстрому разложению $(NO)HSO_4$ с выделением оксидов азота. Следить за тем, чтобы образующийся продукт не забивал трубку подачи SO_2 !

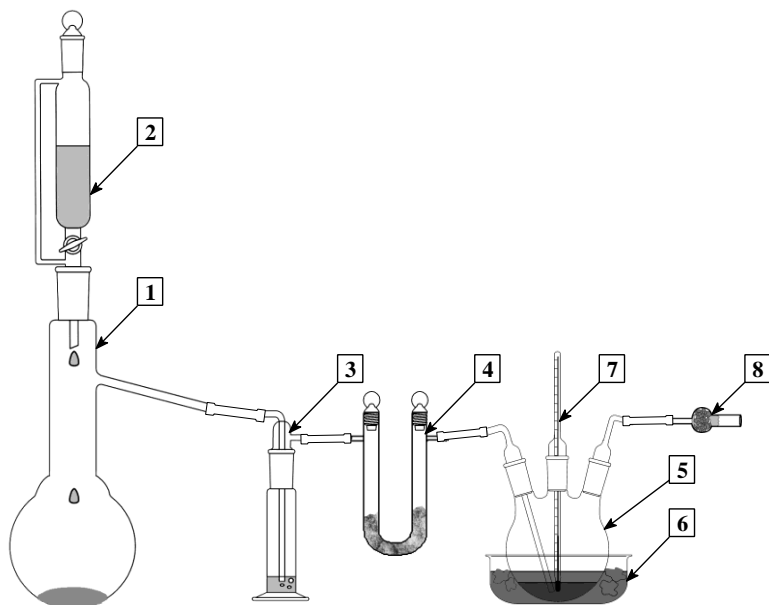


Рис. 23. Установка для получения нитрозилсерной кислоты
 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекслея;
 4 – U-образная трубка с оксидом фосфора(V); 5 – трехгорлая колба;
 6 – кристаллизатор со льдом; 7 – термометр; 8 – хлоркальциевая трубка

Образовавшееся вещество отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) в атмосфере сухого диоксида серы. Для этого надеть на стеклянный фильтр лабораторную пленку «Parafilm “M”» с прорезанным отверстием, в которое вставить газоотводную трубку от установки для получения SO_2 . Полученное вещество дважды промыть ледяной уксусной кислотой (порциями по ~5 мл), затем таким же количеством тетрахлорида углерода, и высушить при включенном водоструйном насосе в течение 3-5 мин. Быстро перенести кристаллы в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход нитрозилсерной кислоты в % от теоретического.

Общая характеристика полученного продукта

Нитрозилсерная кислота – белое кристаллическое вещество, устойчивое в атмосфере сухого воздуха. При нагревании выше 73,5 °С плавится с разложением. Водой быстро и полностью гидролизуется.

Изучение некоторых свойств нитрозилсерной кислоты

Растворить небольшое количество полученного вещества в воде. Оценить рН полученного раствора с помощью полоски универсальной индикаторной бумаги. Доказать, что одним из продуктов гидролиза нитрозилсерной кислоты является серная кислота.

Написать уравнения всех реакций.

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 241.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 440.

3.4.7. Триодид сурьмы

*Толуол огнеопасен, следует работать в вытяжном шкафу
вдали от огня!*

Получение триодида сурьмы, SbI_3

Собрать установку, изображенную на рис. 24. В двугорлую колбу 1 объемом 100 мл поместить навеску ~0,5 г тонко измельченной металлической сурьмы и прилить 50 мл толуола. К колбе присоединить обратный холодильник 2 с хлоркальциевой трубкой 3, заполненной безводным хлоридом кальция. Второе горло колбы закрыть пробкой 4. Реакционную смесь нагреть на масляной бане 5 до кипения растворителя (температура бани 115-120 °С). Затем включить магнитную мешалку 6 и, приоткрывая боковое горло колбы, добавлять ~1,8 г мелко растертого иода порциями по ~0,5 г. Каждую последующую порцию иода добавлять только после того, как толуольный раствор изменит фиолетовую окраску на оранжевую.

После добавления всего иода реакционную смесь нагревать еще ~1 ч. Горячий раствор профильтровать через воронку для горячего фильтрования в фарфоровую чашку. Фильтрат упарить на водяной бане при постоянном перемешивании стеклянной палочкой до $\sim 1/3$ от первоначального объема. Упаренный фильтрат медленно охладить до комнатной температуры и отфильтровать образовавшийся осадок на стеклянном пористом фильтре (100 пор). Промыть вещество на фильтре ~10 мл толуола и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение ~5 мин. Перенести полученный препарат в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход триодида сурьмы в % от теоретического.

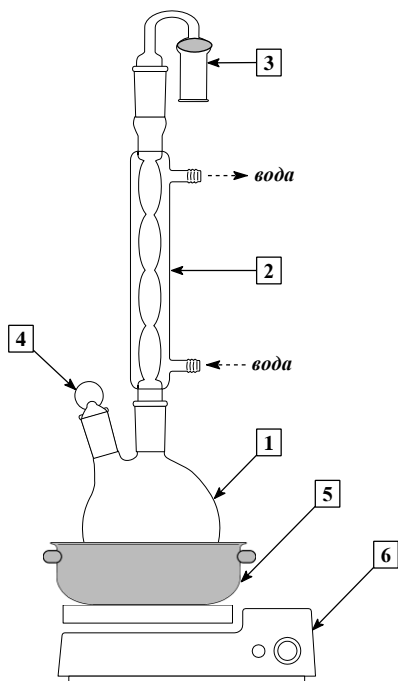


Рис. 24. Установка для получения SbI_3
 1 – двугорлая колба;
 2 – обратный холодильник;
 3 – хлоркальциевая трубка;
 4 – пробка; 5 – масляная баня;
 6 – магнитная мешалка

Общая характеристика полученного продукта

Иодид сурьмы(III) – кристаллическое вещество красного цвета. Существуют еще две модификации – ромбическая и моноклинная (зеленовато-желтые кристаллы). Растворяется в этаноле и ацетоне, водой гидролизуется с образованием желтого оксоиодида. Легко очищается возгонкой в инертной атмосфере или в вакууме.

Изучение некоторых свойств триодида сурьмы

1. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного вещества поместить в пробирку, добавить ~1 мл воды и нагреть в пламени спиртовки. *Что происходит? Как меняется цвет осадка?*

Осторожно перелить немного раствора над осадком в другую пробирку. С помощью стеклянной палочки перенести каплю раствора на универсальную индикаторную бумагу и оценить рН. Добавить к раствору в пробирке 1-2 капли раствора нитрата серебра. *Отметить все наблюдения.*

2. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и добавить ~1 мл концентрированного раствора гидроксида натрия. Если ничего не наблюдается, нагреть пробирку в пламени спиртовки. *Что происходит?*

Написать уравнения проведенных реакций.

Литературные источники

1. Диканская Л.Д., Овчаренко В.И. Практикум по неорганической химии. Выпуск 2. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 3.

2. Практикум по неорганической химии. Под ред. Зломанова В.П. Изд-во МГУ, 1994. С. 145.

3. Руководство по неорганическому синтезу. Том 2. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 636.

Глава 4. Элементы 14 группы

4.1. Углерод

4.1.1. Кислородсодержащие соединения углерода

Оксид углерода(II)

Угарный газ очень ядовит!

Опыты проводить в вытяжном шкафу!

Получение оксида углерода(II) из муравьиной кислоты и его горение

Налить в пробирку ~2 мл муравьиной кислоты, добавить равный объем концентрированной серной кислоты и закрыть пробирку пробкой с оттянутой газоотводной трубкой. Слегка нагреть содержимое пробирки в пламени спиртовки и поджечь выделяющийся угарный газ на выходе газоотводной трубки. Ополоснуть небольшой стакан известковой водой и, перевернув его, подержать над пламенем горящего угарного газа. *Что наблюдается?*

Написать уравнения реакций.

Получение оксида углерода(II) из щавелевой кислоты и его восстановительные свойства

Собрать установку, изображенную на рис. 25. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~15 г щавелевой кислоты, в капельную воронку 2 налить концентрированную серную кислоту. Слянку Дрекселя 3 заполнить раствором гидроксида натрия (*для чего?*).

В среднюю часть реакционной трубки 4 поместить немного (~ $\frac{1}{3}$ шпателя) оксида меди(II) и присоединить к ней газоотводную трубку 5. Опустить газоотводную трубку в пробирку 6 с 3-4 мл известковой воды. Добавлять по каплям серную кислоту в колбу Вюрца при нагревании с помощью колбонагревателя 7. Выделяющийся газ пропустить через собранную установку в течение 1-2 мин, затем нагреть спиртовкой 8 то место трубки 4, где находится

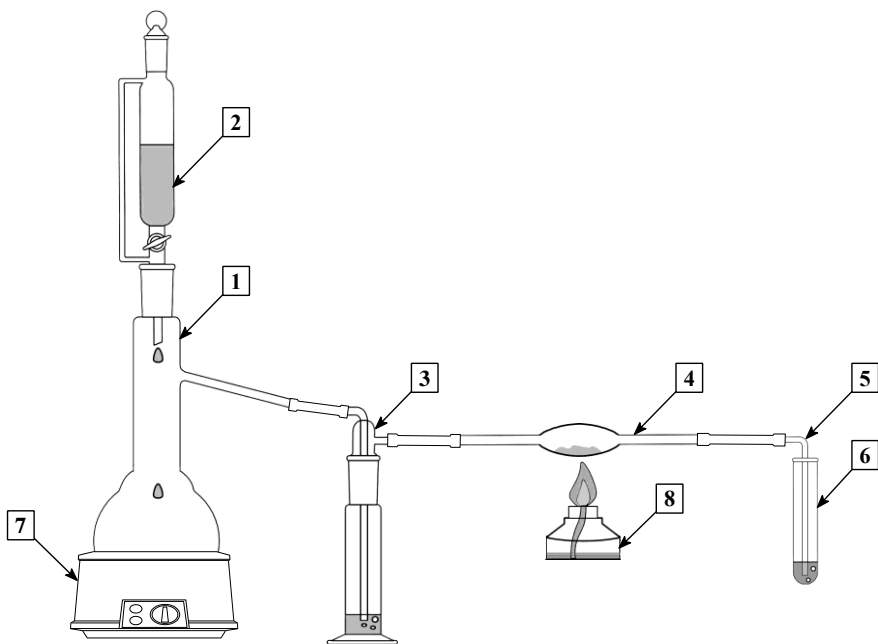


Рис. 25. Установка для получения и изучения свойств оксида углерода(II)

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – склянка Дрекслея;
 4 – реакционная трубка; 5 – газоотводная трубка; 6 – пробирка;
 7 – колбонагреватель; 8 – спиртовка

оксид меди(II). *Отметить происходящие изменения с оксидом меди(II) и известковой водой.*

После завершения восстановления CuO охладить реакционную трубку 4 в токе CO до комнатной температуры.

Написать уравнения реакций.

Оксид углерода(IV)

Наполнить сухой высокий стакан объемом 250 мл диоксидом углерода из баллона и "вылить" его содержимое на пламя спиртовки. *Что наблюдается? Как можно убедиться в том, что склянка наполнена диоксидом углерода?*

Соли угольной кислоты

1. Налить в пробирку ~1 мл "известкового молока" и аккуратно пропустить через него ток диоксида углерода из баллона до образования прозрачного раствора. Затем нагреть полученный раствор. *Что наблюдается?*

2. К ~1 мл раствора хлорида кальция в пробирке добавить равный объем раствора гидрокарбоната натрия. *Что происходит?*

3. С помощью универсальной индикаторной бумаги оценить рН растворов карбоната и гидрокарбоната натрия одинаковой концентрации. *Какая соль гидролизуеться сильнее: карбонат или гидрокарбонат натрия? Ответ подтвердить расчетом констант гидролиза солей.*

Написать уравнения реакций.

4.2. Кремний

4.2.1. Простое вещество

Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) порошка кремния, добавить ~1 мл концентрированного раствора щелочи и слегка нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается?*

Взаимодействует ли кремний с кислотами?

Написать уравнения реакций.

4.2.2. Кремниевая кислота и ее соли

1. К ~1 мл раствора силиката натрия в пробирке добавить равный объем раствора соляной кислоты. *Что происходит?*

2. Растворить в пробирке немного (на кончике шпателя) твердого силиката натрия в ~2 мл воды.

а) Перенести с помощью стеклянной палочки каплю полученного раствора на полоску универсальной индикаторной бумаги и *оценить рН. Объяснить изменение окраски индикатора.*

б) Перелить $\sim 1/2$ приготовленного раствора в другую пробирку и добавить немного твердого хлорида аммония. *Что наблюдается?*

в) Через раствор силиката натрия, оставшийся в пробирке, пропустить ток диоксида углерода из баллона. *Что происходит?*

Написать уравнения реакций.

4.3. Олово

4.3.1. Металлическое олово

В три пробирки поместить по 1 грануле металлического олова. В первую пробирку прилить ~ 1 мл концентрированной соляной кислоты, во вторую – столько же концентрированного раствора гидроксида натрия, в третью – такой же объем разбавленной азотной кислоты. Нагреть пробирки в пламени спиртовки. *Что наблюдается?*
Написать уравнения реакций.

4.3.2. Соединения олова

Соединения олова(II)

Получение и свойства гидроксида олова(II)

К ~ 2 мл раствора хлорида олова(II) в пробирке прилить ~ 1 мл концентрированного раствора аммиака и аккуратно перемешать. Образовавшуюся взвесь разделить на три части.

К первой части взвеси в пробирке добавить по каплям при перемешивании избыток концентрированного раствора щелочи.

Ко второй части взвеси в пробирке добавить разбавленную соляную кислоту до образования прозрачного раствора.

Третью часть поместить в тигель и прокалить.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

Каковы кислотно-основные свойства гидроксида олова(II)?

Что образуется при взаимодействии растворов солей олова(II) с раствором карбоната натрия (написать уравнение реакции)?

Восстановительные свойства соединений олова(II)

1. Налить в пробирку ~0,5 мл бромной воды и добавить по каплям раствор хлорида олова(II) до обесцвечивания.

2. Приготовить в пробирке ~1 мл раствора гидроксостанната(II) натрия или калия и добавить к нему раствор соли висмута(III).
Что наблюдается?

Написать уравнения реакций.

Соединения олова(IV)

Получение и свойства α -оловянной кислоты

К ~1 мл раствора хлорида олова(IV) в пробирке прилить равный объем концентрированного раствора аммиака и аккуратно перемешать. Образовавшуюся взвесь разделить на две части.

К первой части взвеси в пробирке добавить по каплям при перемешивании избыток концентрированного раствора щелочи.

Ко второй части взвеси в пробирке добавить разбавленную соляную кислоту до образования прозрачного раствора.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

Сохраняются ли свойства α -оловянной кислоты после длительного стояния или кипячения раствора с осадком?

Получение и свойства β -оловянной кислоты

В небольшой химический стакан (объемом 25 мл) поместить 2-3 гранулы металлического олова и прилить ~10 мл концентрированной азотной кислоты. Накрыть стакан часовым стеклом и прокипятить его содержимое на электроплитке в течение ~10 мин. После охлаждения до комнатной температуры промыть полученный осадок водой методом декантации и испытать его отношение к растворам соляной кислоты и щелочи.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

В чем заключаются различия в составе и химической активности α - и β -оловянных кислот?

Сульфиды и тиосоли олова

В одну пробирку налить ~1 мл раствора хлорида олова(II), в другую – столько же раствора хлорида олова(IV). В каждую пробирку добавить по каплям при перемешивании небольшое количество раствора сульфида натрия. *Каков цвет образовавшихся осадков?*

К осадкам добавить избыток концентрированного раствора сульфида натрия. *Что наблюдается?*

В ту пробирку, в которой образовался раствор тиосоли, добавить раствор соляной кислоты. *Что происходит?*

Написать уравнения реакций.

4.4. Свинец

4.4.1. Металлический свинец

В три пробирки поместить небольшое количество металлического свинца и испытать его отношение к концентрированной соляной кислоте, концентрированной и разбавленной азотной кислоте. Если реакция не идет, пробирку осторожно нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

Взаимодействует ли свинец с раствором щелочи? Написать уравнение реакции.

4.4.2. Соединения свинца

Оксиды и гидроксиды свинца

Получение и свойства гидроксида свинца(II)

К ~1 мл раствора соли свинца(II) в пробирке добавить равный объем раствора аммиака. Выпавший осадок разделить на две части. К одной части добавить раствор азотной кислоты, к другой – концентрированный раствор гидроксида натрия. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

*Каковы кислотно-основные свойства гидроксида свинца(II)?
Написать формулы п्लомбатов(II) натрия, образующихся в водных растворах и полученных "сухим" путем.*

Получение и свойства оксида свинца(IV)

Налить в пробирку ~1 мл раствора соли свинца, прилить ~1 мл разбавленного раствора гидроксида натрия и столько же бромной воды. Темно-коричневый осадок промыть водой методом декантации и проделать следующие опыты.

а) Налить в пробирку 2-3 капли раствора нитрата марганца(II), подкислить 3-4 каплями концентрированной азотной кислоты и добавить небольшое количество полученного оксида свинца(IV). Смесь осторожно нагреть.

б) К оставшемуся в пробирке осадку оксида свинца(IV) добавить 1-2 мл концентрированной соляной кислоты. Содержимое пробирки осторожно нагреть.

Что наблюдается в этих опытах?

Какие свойства проявляет оксид свинца(IV) в этих реакциях?

Взаимодействует ли оксид свинца(IV) с растворами щелочей?

Написать уравнения всех реакций.

Свойства оксида свинца(II,IV) (свинцового сурика)

1. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) свинцового сурика и прилить разбавленный раствор азотной кислоты. Отметить цвет образовавшегося осадка. Декантировать раствор с осадка в другую пробирку и доказать наличие в полученном растворе соли свинца(II).

2. К небольшому количеству свинцового сурика в пробирке прилить ~1 мл концентрированной соляной кислоты и осторожно нагреть.

Отметить наблюдения.

Взаимодействует ли свинцовый сурик с растворами щелочей?

Написать уравнения всех реакций.

Нерастворимые соли свинца

Иодид свинца

К ~1 мл раствора ацетата свинца(II) в пробирке добавить равный объем раствора иодида калия. Перелить часть раствора с осадком (~1 мл) в небольшой стакан (объемом 25 мл), добавить 10-15 мл воды и 1-2 мл ледяной уксусной кислоты. Накрыть стакан часовым стеклом и нагреть на электроплитке до растворения осадка. Оставить стакан с раствором медленно охлаждаться до комнатной температуры. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции. Как изменяется растворимость иодида свинца с увеличением температуры?*

Сульфид свинца

Налить в пробирку ~2 мл раствора соли свинца(II) и добавить равный объем раствора сульфида натрия. Промыть осадок водой методом декантации и разделить на три пробирки.

К осадку в первой пробирке добавить ~1 мл концентрированной азотной кислоты.

Во вторую пробирку с осадком прилить ~1 мл концентрированной соляной кислоты.

К сульфиду свинца в третьей пробирке добавить ~1 мл раствора пероксида водорода.

Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.

Образует ли свинец тиосоли?

Карбонат свинца и основной карбонат свинца

В две пробирки налить по ~1 мл раствора соли свинца(II). В первую пробирку добавить равный объем раствора карбоната аммония, а во вторую – столько же раствора карбоната натрия. *Что наблюдается? Почему осадки, образующиеся в этих пробирках, имеют разный состав? Написать уравнения реакций.*

4.5. Синтезы соединений олова и свинца

4.5.1. Гексахлоростаннат(IV) аммония

Работу проводить в вытяжном шкафу!

Все части установки (в том числе, и соединительные шланги) должны быть тщательно высушены и соединены друг с другом без применения вакуумной смазки.

Получение гексахлоростанната аммония, $(NH_4)_2[SnCl_6]$

Собрать установку, изображенную на рис. 26. В колбу Вюрца 1 объемом 250 мл поместить ~25 г перманганата калия и смочить небольшим количеством воды (~10 мл). В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту. Верхнее отверстие капельной воронки закрыть пробкой.

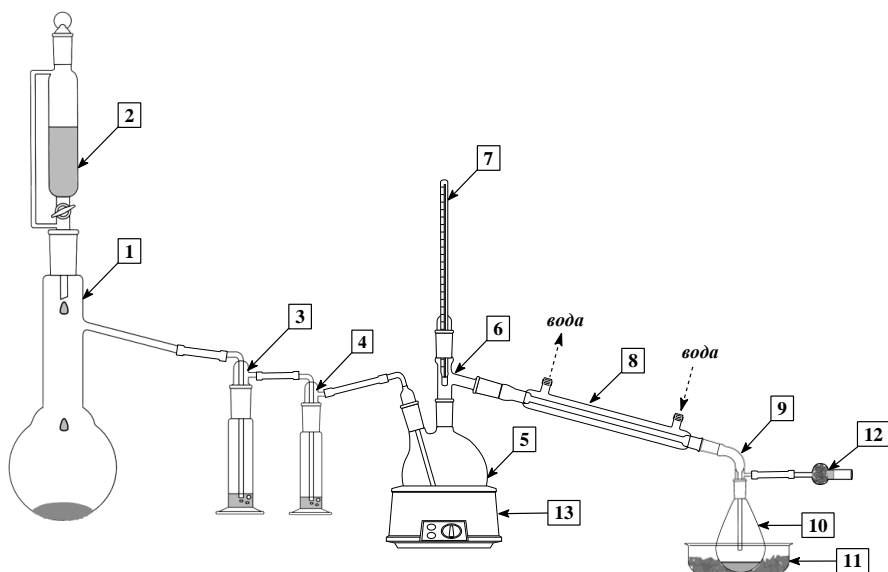


Рис. 26. Установка для получения тетрахлорида олова

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3, 4 – склянки Дрекселя;

5 – двугорлая колба; 6 – насадка Вюрца; 7 – термометр;

8 – прямой холодильник; 9 – аллонж; 10 – колба-приемник;

11 – баня; 12 – хлоркальциевая трубка; 13 – колбонагреватель

В склянки Дрекселя 3, 4 налить такой объем концентрированной серной кислоты, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см. На дно двугорлой колбы 5 объемом 50 мл поместить ~3 г (взвесить с точностью $\pm 0,01$ г) металлического олова. Присоединить к колбе 5 газоподводящую трубку и насадку Вюрца 6, снабженную термометром 7 и холодильником 8. К холодильнику с помощью аллонжа 9 присоединить взвешенную колбу-приемник 10 (ее необходимо взвешивать вместе со стеклянной пробкой). Колбу 10 погрузить в охлаждающую баню 11 со смесью льда и хлорида натрия. К боковому отводу аллонжа 9 присоединить хлоркальциевую трубку 12, заполненную безводным хлоридом кальция.

Медленно по каплям добавлять соляную кислоту к перманганату калия. Пропускать с небольшой скоростью ток сухого газообразного хлора через собранную установку в течение 1-2 мин. Затем, не прекращая пропускать газ, колбу-реактор 5 нагревать колбонагревателем 13 в течение ~2 ч. С помощью термометра 7 отметить температуру, при которой перегоняется тетрахлорид олова. По окончании реакции охладить установку в токе хлора.

Перелить полученный тетрахлорид олова в стакан объемом 50 мл, добавить ~5 мл концентрированной соляной кислоты и заранее приготовленный насыщенный водный раствор, содержащий ~2,7 г хлорида аммония. Охладить реакционную смесь в бане со льдом в течение 20-30 мин. Отфильтровать образовавшийся осадок на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть ~3 мл охлажденного раствора концентрированной соляной кислоты и высушить на фильтре током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10-15 мин. Перенести вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнения реакций и рассчитать выход гексахлоростанната аммония в % от теоретического.

Общая характеристика полученного продукта

Гексахлоростаннат(IV) аммония – белое кристаллическое вещество, устойчивое на воздухе. Хорошо растворим в воде, гидролизуется горячей водой.

Изучение некоторых свойств гексахлоростанната аммония

1. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) полученного вещества, прилить ~1 мл концентрированного раствора щелочи и слегка подогреть. Поднести к пробирке полоску влажной универсальной индикаторной бумаги. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. Растворить в пробирке немного полученного соединения и добавить по каплям при перемешивании сначала небольшое количество, а затем избыток концентрированного раствора сульфида натрия. *Что происходит? Написать уравнения реакций.*

3. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти полосы колебаний, соответствующие иону аммония и сравнить Ваши данные с литературными (на примере ИК-спектров других соединений, содержащих ион аммония). Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 153.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 3. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 822.

4.5.2. Гексахлороплюмбат(IV) аммония

Работу проводить в вытяжном шкафу!

Получение гексахлороплюмбата аммония, (NH₄)₂[PbCl₆]

Собрать установку, изображенную на рис. 27. В колбу Вюрца 1 поместить ~25 г растертого перманганата калия и смочить его небольшим количеством воды (~10 мл). В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту, склянки Дрекселя 3 и 5 заполнить водой.

Растереть в фарфоровой ступке навеску ~1,5 г хлорида свинца(II) в ~10 мл концентрированной соляной кислоты.

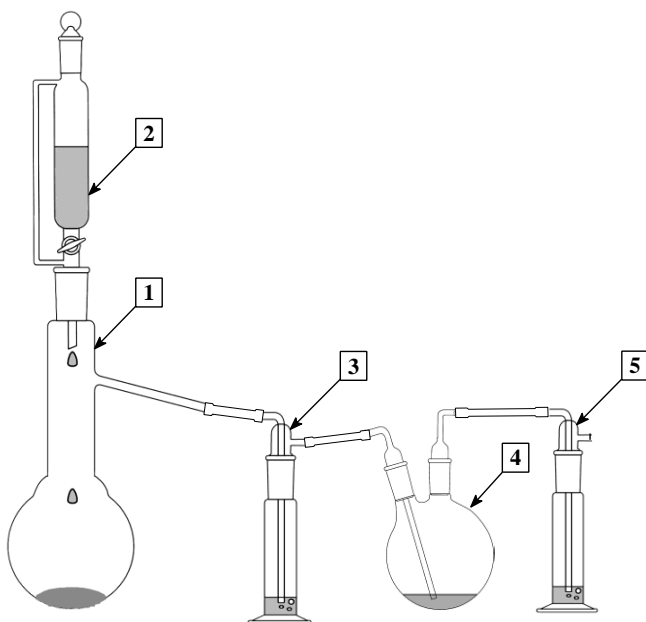


Рис. 27. Установка для получения $\text{H}_2[\text{PbCl}_6]$
 1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка;
 3, 5 – склянки Дрекслея; 4 – двугорлая колба

Образовавшуюся суспензию перенести в двугорлую колбу-реактор 4 (объемом 100 мл). Ступку, в которой растирали хлорид свинца(II), промыть еще ~10 мл концентрированной соляной кислоты и вновь перенести в колбу 4 (при этом весь остаток со стенок ступки необходимо максимально перенести в реакционную колбу). Присоединить к двугорлой колбе 4 трубку, доходящую почти до дна колбы, и склянку Дрекслея 5.

Приливая по каплям соляную кислоту к перманганату калия, пропускать ток хлора со скоростью 1-2 пузырька в секунду, периодически слегка взбалтывая реакционную смесь в колбе 4. Если спустя ~1,5 ч в колбе-реакторе остался осадок хлорида свинца(II), добавить еще ~10 мл концентрированной соляной кислоты

и продолжать пропускать ток хлора до полного растворения $PbCl_2$ и приобретения раствором характерной желтой окраски. По окончании реакции полученный раствор из колбы 4 перенести в химический стакан объемом 100 мл.

Прилить к содержимому стакана заранее приготовленный раствор, содержащий ~0,6 г хлорида аммония в 6 мл воды. Стакан с раствором охладить до $0\text{ }^\circ\text{C}$ в бане со льдом в течение 20-30 мин.

Выпавший желтый осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть двумя порциями по 5 мл охлажденного этанола и высушить на фильтре током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10-15 мин. Перенести вещество в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнения реакций и рассчитать выход гексахлороплюмбата аммония в % от теоретического.

Общая характеристика полученного продукта

Гексахлороплюмбат(IV) аммония – лимонно-желтый порошок, устойчивый на воздухе. При растворении в воде гидролизуется с образованием диоксида свинца. Растворяется без изменения в 20 %-ной соляной кислоте. При нагревании до $70\text{-}80\text{ }^\circ\text{C}$ окрашивается в оранжево-желтый цвет, выше $130\text{ }^\circ\text{C}$ разлагается.

Изучение некоторых свойств гексахлороплюмбата аммония

1. Подготовить полоску фильтровальной бумаги, смоченную 1-2 каплями раствора иодида калия. Поместить немного ($\sim 1/4$ шпателя) полученного вещества в пробирку и нагреть в пламени спиртовки. Поднести к пробирке подготовленную ранее полоску фильтровальной бумаги, смоченную раствором KI. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) полученного вещества, прилить ~1 мл концентрированного раствора щелочи и слегка подогреть. Поднести к пробирке полоску влажной универсальной индикаторной бумаги. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000-400\text{ см}^{-1}$. *Найти полосы колебаний, соответствующие иону аммония и сравнить Ваши данные с литературными (на примере ИК-спектров других соединений, содержащих ион аммония). Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Руководство по неорганическому синтезу. Том 3. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 838.

2. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 253.

Глава 5. Элементы 13 группы

5.1. Бор

5.1.1. Простое вещество

Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) порошка бора и добавить концентрированную азотную кислоту. Осторожно нагреть пробирку в пламени спиртовки. *Что наблюдается?*

В каких условиях бор взаимодействует со щелочами?

Написать уравнения реакций.

5.1.2. Борные кислоты и их соли

1. В небольшой химический стакан (объемом 25 мл) поместить ~2 г декагидрата тетрабората натрия ("буры") и добавить ~10 мл дистиллированной воды. Накрыть стакан часовым стеклом и нагреть на электроплитке до 70-80 °С до полного растворения буры. К полученному горячему раствору добавить ~5 мл концентрированной соляной кислоты. Раствор медленно охладить. Выпавший осадок отфильтровать на предварительно взвешенном стеклянном пористом фильтре (40 пор). Промыть 2-3 раза охлажденной до 0 °С водой (порциями по 2-3 мл), а затем ~3 мл этанола и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10-15 мин.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта в % от теоретического.

Полученный продукт использовать для следующих опытов.

2. В одной пробирке приготовить ~1 мл насыщенного раствора борной кислоты, в другой – столько же раствора буры. С помощью стеклянной палочки перенести по капле полученных растворов на полоски универсальной индикаторной бумаги и *оценить pH*.

Какие равновесия устанавливаются в растворах борной кислоты и тетрабората натрия?

Сравнить кислотные свойства борной и тетраборной кислот.

Написать уравнение реакции борной кислоты с раствором гидроксида натрия.

3. В фарфоровый тигель поместить немного ($\sim 1/3$ шпателя) борной кислоты, прилить ~ 1 мл этанола и добавить 5-6 капель концентрированной серной кислоты. Смесь перемешать стеклянной палочкой и поджечь выделяющиеся пары. *Каков цвет пламени?*

Какой продукт образуется в результате реакции (привести структурную формулу)? Для чего добавляется серная кислота? Написать уравнение реакции.

5.2. Алюминий

5.2.1. Металлический алюминий

Взаимодействие алюминия с кислотами

Испытать отношение алюминия к разбавленным и концентрированным растворам кислот на холоду и при нагревании.

Для этого в три пробирки внести небольшое количество алюминия и добавить к нему по ~ 1 мл разбавленных растворов соляной, серной и азотной кислот, соответственно. *Что наблюдается? Осторожно нагреть пробирки в пламени спиртовки. Наблюдаются ли отличия от реакций, протекающих без нагревания?*

Провести аналогичные опыты, заменив разбавленные растворы кислот на соответствующие концентрированные. *Что наблюдается? Есть ли отличия от реакций, протекающих без нагревания?*

Написать уравнения реакций.

Взаимодействие алюминия со щелочью

В пробирку внести небольшое количество алюминия и прилить ~ 1 мл концентрированного раствора гидроксида натрия. При необходимости пробирку слегка нагреть. *Что наблюдается?*

Написать уравнение реакции.

Свойства амальгамированного алюминия

Работу проводить в вытяжном шкафу, оборудованном специальной кюветой. Все использованные растворы сливать в сосуды, обозначенные надписью «Слив ртути». Работать в перчатках!

Для проведения опыта используется небольшой стакан (объемом 25 мл), содержащий заранее приготовленный для всей группы раствор нитрата ртути(II).

Обезжирить две алюминиевые проволоки (длиной ~15 см), протерев их ватой, смоченной небольшим количеством этанола. Проволоки поместить в стакан с раствором нитрата ртути(II), оставить на 3-5 мин, затем промыть в стакане с дистиллированной водой.

Одну из амальгамированных проволок положить на чашку Петри и оставить на воздухе на 5-10 мин, другую – опустить в стакан с водой. *Что наблюдается?*

Объяснить происходящие явления.

Написать уравнения всех реакций.

Алюмотермическое восстановление хрома

Общая схема проведения опыта приведена на рис. 28. Для проведения опыта изготовить "тигель" 2 в виде конуса из круглого листа фильтровальной бумаги. Поместить полученный конус в песчаную баню 1 таким образом, чтобы он примерно на $\frac{1}{2}$ был погружен в песок. На дно бумажного "тигля" насыпать ~2 г порошка фторида кальция 3.

Навеску ~10 г оксида хрома(III) смешать с 4,5 г алюминиевой пудры и *очень тщательно* перемешать смесь стеклянной палочкой. Поместить полученную реакционную смесь 4 в приготовленный ранее бумажный "тигель" (поверх слоя фторида кальция). Слегка утрамбовать реакционную смесь в "тигле" пестиком и при помощи стеклянной палочки сделать углубление в центре смеси.

Приготовить зажигательную смесь. Для этого в сухую коническую колбу поместить ~0,8 г порошка магния и ~7 г пероксида бария. Колбу прикрыть часовым стеклом и осторожно тщательно перемешать ее содержимое.

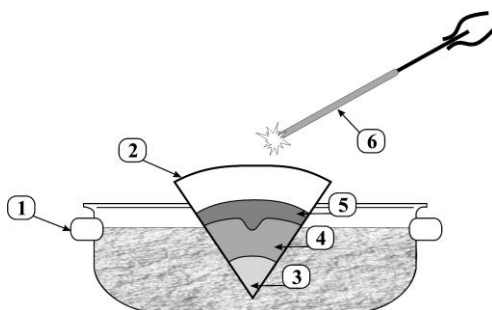


Рис. 28. Схема проведения алюмотермии

1 – песчаная баня; 2 – бумажный "тигель"; 3 – слой фторида кальция;
4 – реакция смесь; 5 – зажигательная смесь; 6 – магниевая лента

Зажигательную смесь ни в коем случае нельзя растирать в ступке! Колбу не закрывать притертой пробкой!

Пересыпать полученную зажигательную смесь 5 в бумажный "тигель" (поверх слоя реакционной смеси) и равномерно распределить ее (при этом зажигательная смесь обязательно должна заполнить сделанное ранее углубление в реакционной смеси 4).

Дальнейшие действия проводить в присутствии преподавателя! Надеть затемненные защитные очки и опустить штормки вытяжного шкафа! Ни в коем случае не следует заглядывать в тигель, если реакция несколько задержалась!

Осторожно поджечь магниевую ленту 6, взяв ее тигельными щипцами, и поднести к зажигательной смеси. Спустя 10-15 мин после завершения бурной экзотермической реакции с помощью тигельных щипцов осторожно извлечь образовавшийся спек, охладить его под струей воды, разбить и найти "королек" металла. Отделить "королек" от шлака и слегка зачистить его поверхность с помощью напильника. Промыть "королек" сначала разбавленным раствором щелочи, затем водой и осушить фильтровальной бумагой.

Написать уравнение реакции восстановления хрома из его оксида. Оксиды каких еще металлов могут быть восстановлены алюминием до простых веществ (3-4 примера)?

5.2.2. Соединения алюминия

Гидроксид алюминия

Налить в пробирку ~2 мл раствора соли алюминия и добавить по каплям при перемешивании ~1 мл концентрированного раствора аммиака. Разделить полученный гель на три пробирки.

В первую пробирку добавить избыток раствора серной кислоты.

Ко второй порции геля в пробирке прилить избыток раствора гидроксида натрия.

Проверить, растворяется ли гидроксид алюминия в третьей пробирке в избытке раствора аммиака.

Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.

Каковы кислотно-основные свойства гидроксида алюминия?

Как можно получить $Al(OH)_3$ из гидроксоалюминатов?

Как можно получить алюминат натрия в твердом виде?

Соли алюминия

1. С помощью стеклянной палочки перенести каплю раствора соли алюминия на полоску универсальной индикаторной бумаги и оценить рН.

Какая из солей сильнее гидролизует: хлорид алюминия или алюминат натрия? Почему? Написать уравнения реакций гидролиза.

2. В две пробирки налить по ~1 мл раствора соли алюминия. В первую пробирку добавить раствор карбоната натрия, во вторую – сульфида натрия. *Что наблюдается?*

Написать уравнения реакций.

Будут ли наблюдаться изменения, если через раствор соли алюминия пропустить ток сероводорода? Ответ обосновать.

5.3. Синтезы соединений бора и алюминия

5.3.1. Трифтороамминбор

Работу проводить в вытяжном шкафу!

Получение трифтороамминбора, $BF_3 \cdot NH_3$

Собрать установку, изображенную на рис. 29. К трехгорлой реакционной колбе 1 объемом 100-250 мл присоединить две газоподводящие трубки 2 и выходной патрубок 3 (переходник со шлифа на оливку). Во избежание закупорки газоподводящих трубок 2 образующимся в процессе синтеза продуктом реакции, диаметр их должен быть ~ 7 мм. Колбу 1 поместить для охлаждения в кристаллизатор 4 со льдом и хлоридом натрия.

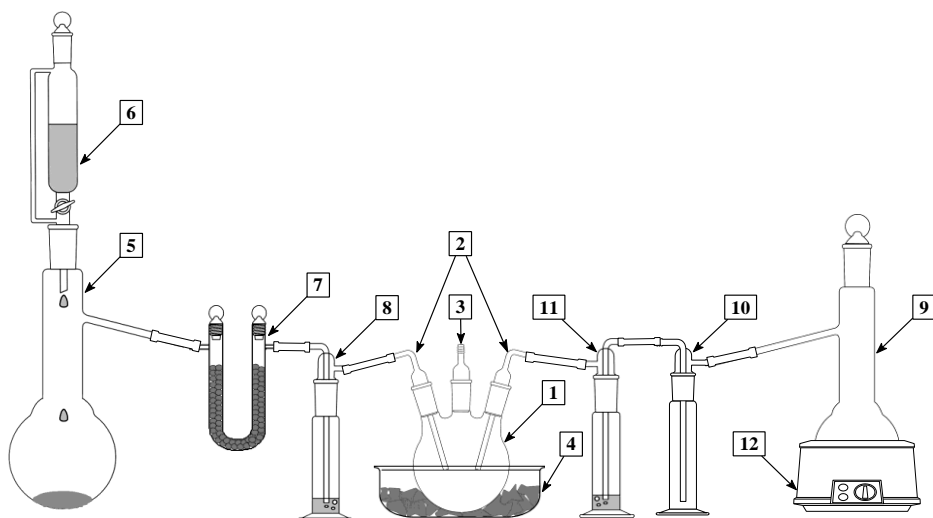


Рис. 29. Установка для получения трифтороамминбора

- 1 – трехгорлая колба-реактор; 2 – газоподводящие трубки;
3 – выходной патрубок; 4 – охлаждающая баня; 5, 9 – колбы Вюрца;
6 – капельная воронка; 7 – U-образная трубка; 8, 11 – склянки Дрекселя;
10 – предохранительная склянка; 12 – колбонагреватель

Для получения аммиака колбу Вюрца 5 объемом 250 мл заполнить примерно на $\sim 1/3$ твердым гидроксидом натрия, в капельную воронку 6 налить концентрированный раствор аммиака. Колбу 5 соединить с U-образной трубкой 7, заполненной твердой щелочью. К U-образной трубке присоединить счетчик пузырьков – склянку Дрекслея 8, содержащую вазелиновое масло.

Для получения трифторида бора в колбу Вюрца 9 объемом 250 мл поместить 12,5 г тетрафторобората калия и 2,3 г оксида бора. К смеси прилить ~ 10 мл концентрированной серной кислоты и закрыть колбу пробкой. Колбу 9 соединить с двумя склянками Дрекслея: первой – предохранительной (*обратите внимание на порядок присоединения склянки Дрекслея 10*), второй – склянкой Дрекслея 11, содержащей концентрированную серную кислоту.

Перед началом синтеза вытеснить воздух из системы сильным током аммиака. Затем пропускать аммиак и трифторид бора с одинаковой скоростью (скорость пропускания газов в склянках Дрекслея 8 и 11 1-2 пузырька в секунду). Трифтороамминбор оседает на стенках колбы 1 в виде объемистого рыхлого порошка. Процесс продолжать до тех пор, пока на стенках колбы 1 не образуется достаточное для исследования свойств количество продукта реакции.

Общая характеристика полученного продукта

Трифтороамминбор – белое кристаллическое вещество, хорошо растворимое в холодной воде (происходит медленный гидролиз), гидролизуется горячей водой. Выше 125 °С разлагается.

Изучение некоторых свойств трифтороамминбора

1. Рассмотреть кристаллы полученного соединения под микроскопом и описать их форму.

2. Немного ($\sim 1/3$ шпателя) полученного вещества поместить в пробирку и добавить $\sim 0,5$ мл воды. Перенести каплю полученного раствора на полоску универсальной индикаторной бумаги и *оценить pH*. Затем прокипятить раствор и охладить до комнатной температуры. Вновь *оценить pH* оставшегося раствора. *Написать уравнения реакций.*

3. Поместить в пробирку немного полученного вещества, добавить ~1 мл раствора гидроксида натрия и слегка подогреть в пламени спиртовки. Поднести к отверстию пробирки влажную полоску универсальной индикаторной бумаги. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

4. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

Литературные источники

1. Руководство по неорганическому синтезу. Том 3. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 870.

2. Практикум по неорганической химии. Под ред. Третьякова Ю.Д. М.: Академия, 2004. С. 255.

5.3.2. Ацетилацетонат алюминия

Получение ацетилацетоната алюминия, $Al(acac)_3$

В высокий стакан 2 (рис. 30) объемом 250 мл налить 100 мл воды и внести 5 г кристаллогидрата нитрата алюминия. Содержимое стакана перемешивать на магнитной мешалке 1 до полного растворения соли. Затем добавить 5 мл ацетилацетона и продолжить перемешивать реакционную смесь в течение еще ~10 мин.

В капельную воронку 3 налить концентрированный раствор аммиака и с небольшой скоростью (~2 мл в мин) *по каплям при интенсивном перемешивании* добавлять его к реакционной смеси в стакане. В процессе добавления вести постоянный контроль pH реакционной смеси в стакане по универсальной индикаторной бумаге, когда он достигнет значения 8-9, добавление аммиака прекратить.

Продолжить перемешивание реакционной смеси еще в течение 15-20 мин. Образовавшийся светло-желтый осадок отфильтровать на воронке Бюхнера (фильтр – "красная" или "желтая" лента)

и промыть 2-3 раза водой порциями по ~10 мл. Осадок на фильтре высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10-15 мин.

Продукт перекристаллизовать из ацетона. Для этого полученное вещество аккуратно перенести с фильтра в стакан объемом 100 мл и прилить ~25 мл ацетона. Накрыть стакан часовым стеклом и нагреть до начала кипения ацетона (~55 °С). Если при этом в горячем ацетоне продукт растворился не полностью, охладить стакан до комнатной температуры, добавить еще некоторое количество ацетона и вновь нагреть, как описано ранее. Медленно охладить раствор сначала до комнатной температуры, а затем в кристаллизаторе со льдом. Очищенное вещество отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение ~10 мин. Полученные кристаллы комплекса перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход ацетилацетоната алюминия в % от теоретического.

Изобразить структурную формулу полученного комплекса.

Общая характеристика полученного продукта

Ацетилацетонат алюминия – белое кристаллическое вещество с перламутровым блеском. Не растворяется в воде, легко растворяется в спирте, эфире и бензоле. При нагревании возгоняется.

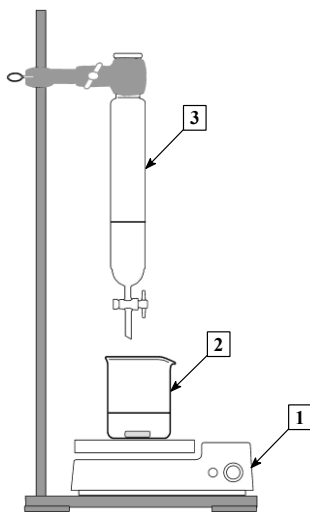


Рис. 30. Установка для получения $\text{Al}(\text{acac})_3$
1 – магнитная мешалка;
2 – стакан;
3 – капельная воронка

Изучение некоторых свойств ацетилацетоната алюминия

1. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного ацетилацетоната алюминия поместить в сухую пробирку и осторожно (*не сильно!*) нагреть в пламени спиртовки. Кристаллы, которые образовались на холодных стенках пробирки, осторожно перенести на предметное стекло, рассмотреть под микроскопом и *описать их форму*.

2. Поместить в пробирку немного полученного вещества и добавить ~1 мл концентрированного раствора щелочи. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Небольшое количество полученного вещества поместить в пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Сравнить спектр полученного Вами вещества с литературными данными. Результаты представить в виде табл. 1, стр. 20.*

4. Снять спектры ЯМР на ядрах: ²⁷Al, ¹³C и ¹H. На основании интенсивности и положения сигналов *провести их отнесение*.

Литературные источники

1. Диканская Л.Д., Овчаренко В.И. Практикум по неорганической химии. Выпуск 2. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1992. С. 4.

2. Руководство по неорганическому синтезу. Том 3. Под ред. Брауэра Г. М.: Мир, 1985. С. 912.

Учебное издание

кандидат химических наук, доцент

Ильин Максим Анатольевич

доктор химических наук, профессор

Крылова Людмила Федоровна

кандидат химических наук, доцент

Шамовская Галина Ивановна

ПРАКТИКУМ
ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ЧАСТЬ II
ХИМИЯ НЕПЕРЕХОДНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

издание второе, исправленное и дополненное

Подписано к печати и в свет 17.01.2014

Формат 60×90/16. Бумага № 1. Гарнитура “Times New Roman”.

Печать оперативная. Печ. л. 6,8. Уч.-изд. л. 6,5. Тираж 130. Заказ № 31
ФГБУН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
Просп. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск, 630090