

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджена на засіданні кафедри хімії
Протокол від “25” серпня 2020 р. № 1
Завідувач кафедри хімії ____Миронюк І.Ф.

Навчально-методичний посібник
Лабораторний практикум з неорганічного синтезу
Спеціальність 102 «Хімія»

Розроблено
доцентом кафедри хімії, к.т.н.
доцентом кафедри хімії, к.ф.-м.н.

Хацевич О.М
Складанюк М.Б.

Івано-Франківськ,
2020 рік

ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Робота з невеликими кількостями хімічних речовин знижує можливість нещасних випадків до мінімуму, але не виключає їх повністю. Тому кожному працюючому в хімічній лабораторії потрібно знати і чітко виконувати всі правила техніки безпеки. При всіх роботах потрібно дотримуватись обережності, пам'ятайте, що неакуратність, неуважність, недостатнє обізнаність з властивостями речовин, з якими ведеться робота, можуть призвести до нещасного випадку. Під час роботи в лабораторіях неорганічної хімії та неорганічного синтезу завжди треба дотримуватись чистоти; не допускати контакту речовин із шкірою, не доторкатись руками обличчя і очей, не приймати їжу під час роботи.

При роботі з металічним натрієм потрібно різати натрій на фільтрувальному папері сухим і гострим ножем; не кидати обрізки натрію в раковини, зливні стакани, де він зберігається під шаром безводного гасу. Поміщати кусочки натрію в суху пробірку, уникати проведення реакції з металічним натрієм на киплячій водяній бані. Маленькі залишки натрію в реакційному посуді ліквідовують, розчиняючи їх у спирті.

Якщо при проведенні досліду розбився термометр і розлилась ртуть, її потрібно зібрати за допомогою спеціальної пастки. Найменші частинки ртуті збирають щіточкою, а місце посипають порошком сірки. Поверхню стола чи підлоги, на якій була ртуть, ретельно змочують 20 %-им розчином ферум (III) хлориду.

Нагрівати речовину в пробірці слід поступово, направляючи отвір пробірки в сторону від себе і від працюючих поруч, оскільки внаслідок часткового перегріву може відбутись викид речовини. Не нахилятись над пробіркою, в якій кипить рідина.

Нюхати які-небудь речовини в лабораторії з отвору посудини безпосередньо забороняється. Слід легким помахом руки наганяти газ чи пару речовини в бік органу нюху, легко вдихаючи їх носом. Ніякі речовини в лабораторії не пробувати на смак. Всі досліди з сильно пахучими, а також з отруйними речовинами (бром і т.д.) проводити у витяжній шафі, не відкриваючи при цьому дверці більше, ніж на 1/3 робочої мітки.

Розчиняти сульфатну кислоту у воді, доливаючи кислоту до води по краплях, весь час перемішуючи розчин. Розлиті кислоти або луги засипати піском, нейтралізувати і тільки після цього проводити прибирання. Розбите скло збирати за допомогою щітки і лопатки.

При роботі з газовідвідною трубкою прибрати пальник з-під пробірки з реакційною сумішшю можна лише тоді, коли кінець газовідвідної трубки, занурений у рідину, видалений з неї. Якщо прибрати пальник завчасно, то рідину засмокче в реакційну пробірку і може відбутись розбризкування реакційної суміші на обличчя і руки.

Приступаючи до роботи, необхідно заздалегідь вивчити властивості речовин, що використовуються. Не можна виливати в раковини залишки

хімічних реактивів. Зливайте ці речовини у спеціальні склянки, що є у витяжній шафі. Не можна вливати гарячі рідини в товстостінний посуд.

Працювати з бромом слід у витяжній шафі, при цьому старатися не вдихати його пари, берегти очі, руки. Якщо в лабораторії з якоїсь причини пролита значна кількість легкозаймистої рідини, то необхідно загасити всі пальники і виключити електронагрівальні прилади, відкрити вікна і засипати пролиту рідину піском. Після повного вбирання рідини масу збирають пластмасовою лопаткою у відро і виносять у безпечне місце для спалювання.

Не можна нагрівати рідину в колбі, яка щільно закоркована.

Забороняється затягувати ротом в піпетки неорганічні речовини та їх розчини. Наповняти піпетки треба за допомогою гумової груші. Не можна виносити з лабораторії посуд і реактиви.

Слід надавати певної уваги також зовнішньому вигляду студента і його поведінці в лабораторії. Студент повинен приходити в лабораторію у халаті, маючи на собі мінімум синтетичного легкозаймистого одягу. У лабораторії не можна їсти, пити і курити. Мати з собою рушничок.

ПЕРША ДОПОМОГА ПРИ НЕЩАСНИХ ВИПАДКАХ

При нещасних випадках необхідно терміново надати потерпілому до- лікарську допомогу на місці і звернутись до лікаря.

При термічних опіках першого ступеня (почервоніння, незначна припухлість) уражене місце протирають ваткою, змоченою етиловим спиртом або слабким розчином калію перманганату, а потім змазують маззю від опіків.

При опіках другого ступеня не можна проколювати міхури, досить накласти стерильну пов'язку. При термічних опіках третього ступеня не робити спроб почистити попечене місце, потрібно покласти стерильну пов'язку і терміново викликати лікаря.

При хімічних опіках необхідно насамперед видалити зі шкіри речовини, що викликали опіки, а потім обробити відповідним чином:

1. При опіках кислотами уражене місце слід промити великою кількістю води, потім 3-5%-ним розчином натрій гідроген карбонату і знову водою. При потраплянні кислот, кислотної пари чи газів до порожнини рота треба багаторазово промити рот водою, а потім 3-5%-вим розчином натрій гідроген карбонату.

2. При опіках лугами уражене місце шкіри слід промити проточною водою, потім 3-5%-вим розчином оцтової кислоти і знову водою. При потраплянні лугів до порожнини рота негайно прополоскати рот водою, а потім 3%-вим розчином оцтової (ацетатної) кислоти.

3. При опіках бромом уражене місце обробляють 10-20 %-вим розчином натрій тіосульфату, змивають його великою кількістю води і потім накладають тампон, змочений 5 %-вим розчином сечовини.

4. При хімічних опіках очей кислотою чи лугом необхідно ретельно промити око водою, використовуючи спеціальну очну ванночку, а потім 1% розчином натрій гідроген карбонату (якщо потрапила кислота) або 2 % розчином боратної кислоти (якщо потрапив луг).

При порізах видаляють щипцями з рани шматочки скла, змазують краї рани спиртовим розчином йоду і, поклавши на рану стерильну пов'язку, забинтовують.

При виникненні пожежі треба негайно вимкнути всі газові пальники та електроприлади, а також забрати всі вогне- та вибухонебезпечні речовини, потім перекрити доступ повітря до вогню, для чого місце пожежі засипати піском, накрити вовняною ковдрою або обробити вуглекислим газом з вогнегасника.

Не слід заливати водою місце горіння натрію, калію або речовин, які не змішуються з водою (бензен, етер, тощо), оскільки це може призвести до розтікання полум'я і відповідно до розширення зони пожежі. Розчинні у воді вогнебезпечні речовини (спирт, ацетон) можна гасити водою.

У випадку загоряння одягу або волосся на потерпілого накладають вовняну ковдру (або пальто) і після погашення полум'я швидко і обережно знімають тліючий і обгорілий одяг, слідкуючи за тим, щоб не пошкодити на попечених місцях шкіру.

ОРГАНІЗАЦІЯ РОБОТИ І ВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЗВІТУ

Підготовка до кожного заняття проводиться студентами вдома за лекціями, інструкціями до лабораторних робіт, заздалегідь. Перед початком роботи в лабораторії слід отримати і підготувати все необхідне обладнання і матеріали. Реактиви розміщені в спеціальних реактивних ящиках. Під час проведення досліду на робочому місці не повинно бути нічого зайвого; необхідно підтримувати чистоту і порядок. Деякі досліди слід проводити у витяжній шафі, про це при описі робіт зроблені відповідні вказівки.

Після закінчення роботи студенти перевіряють розміщення реактивів у реактивному ящику (порядкові номери на склянках повинні співпадати з порядковими номерами на гніздах ящика), здають лаборанту отримані реактиви, матеріали і обладнання, ретельно миють посуд і прибирають своє робоче місце у процесі підготовки і виконання лабораторних дослідів необхідно скласти звіт про кожну роботу. В лабораторному звіті зазначаються: номер лабораторної роботи, тема, мета, обладнання і матеріали, порядок проведення роботи - хід роботи, спостереження, хімізм і висновок. У кінці кожної лабораторної роботи подаються письмові відповіді на контрольні запитання.

При описі досліду не слід дослівно переписувати текст навчального посібника, користуватись структурними формулами. Записи повинні бути лаконічними. В описі роботи потрібно написати хід роботи, хімізм процесу; особливу увагу слід звернути на записи спостережень, правильність висновок.

ІНФОРМАЦІЙНІ ДЖЕРЕЛА

1. Ахметов Н.С. Общая и неорганическая химия. – М: Высшая школа, 2001р. - 744 с.
2. Бойко К.М., Самойленко Н.С., и др. Общая и неорганическая химия. Практикум. – К: “Вища школа”, 1987р.
3. Ивановский В.Н., Тихонов Н.С., и др. Лабораторный практикум по общей химии. – М: Высшая школа, 1972р.
4. Глинка М.А. Общая химия. – М.-Л: Химия. 1965. 688 с.
5. Буря О. І., Повхан М.Ф., Чигвинцева О.П., Антрапцева Н.М. Загальна хімія: Навчальний посібник. – Дніпропетровськ: Наука і освіта, 2002. – 306 с.
6. Романова Н.В. Загальна і неорганічна хімія. – Київ: Ірпінь, 1998. –480 с.
7. Телегус В.С., Бодак О.І. Основи загальної хімії. - Львів.: Світ, 2000. – 424 с.
8. Руководство по неорганическому синтезу/ Под ред. Г. Брауэра – 2-е изд., перер. – М.: Мир, 1985-1986.- Т. 1-6.- 2222 с.
9. Леснова Е.В. Практикум по неорганическому синтезу. –М.: Просвещение,-1977.- 168 с.
10. Новые направления синтеза неорганических твердых веществ / В.В. Свиридов / Соросовский образовательный журнал,- № 2, -1997. – С.34-40.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №1

**Основні операції неорганічного синтезу.
Миття і сушіння хімічного посуду, фільтрування.**

Лабораторна робота № 1

1. Тема: Основні операції неорганічного синтезу: Миття і сушіння хімічного посуду, фільтрування.

2. Мета: Засвоїти способи миття і сушіння хімічного посуду, способи фільтрування.

3. Матеріали і обладнання: хімічні колби різного об'єму, мірні колби, піпетки, бюретки, хімічні стакани, прилад для фільтрування під вакуумом, хромово суміш, тепла вода, 10 %-вий розчин тринатрійфосфату, синтетичні миючі засоби, 5 %-ий розчин перманганату калію, 100 мл конц. H_2SO_4 , насичений розчин соди, мило.

4. Порядок проведення роботи

4.1. Миття хімічного посуду.

4.1.1. Для проведення робіт в лабораторії неорганічного синтезу посуд повинен бути чистий. Його потрібно вимити зразу після використання. Хімічний посуд промити теплою водою, а для обезжирення посуду промити теплим насиченим розчином соди чи гарячим мильним розчином, або теплим лужним розчином калій перманганату, чи розчином хромової суміші.

Приготування:

а) мильного розчину: невеликий кусок мила розчинити в гарячій воді.

б) лужного розчину калій перманганату: 5 г KMnO_4 в 100 мл гарячого 10%-го розчину натрій гідроксиду.

в) хромової суміші: 15 г калій дихромату ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) в 100 мл гарячої води. Охолодити і краплями додавати 100 мл концентрованої сульфатної кислоти.

При митті посуду хромовою сумішшю не можна користуватись їжачками. Після прополіскування посуду миючими засобами його необхідно 5-7 раз промити водопровідною водою. Миючі засоби зливати в спеціальну склянку для наступного використання. Найкраще мити посуд мильною водою чи розчином соди (БЕЗПЕЧНО!). Якщо на стінках посуду залишаються тверді частинки, що не відмились миючими засобами, то в середину його помістити обрізки паперу, налити теплої води і струшувати посуд. Добре вимитий посуд (хімічно чистий) вважається тоді, коли з нього вилита воду, внутрішні стінки змочуються рівномірно і на них не залишається крапель. Після промивки посуду водопровідною водою прополощіть його невеликою кількістю дистильованої води.

4.2. Сушіння хімічного посуду.

4.2.1. Хімічний посуд (колби, стакани, циліндри і ін.) висушують на дошці з кілочками, залишаючи поки він не висохне. Кілки попередньо обгорнути фільтрувальним папером. Дрібний посуд можна висувувати в ексикаторах або в сушильній шафі при 100°C попередньо на полиці покласти лист фільтрувального паперу. Колби, стакани, піпетки, бюретки сушать також струменем теплового повітря. Зберігати посуд на столах в перевернутому вигляді, підстеливши фільтрувальний папір.

4.3. Фільтрування кристалічного осаду під вакуумом.

4.3.1. Якщо фільтрування потрібно провести швидко використовують фільтруванням під вакуумом. Для цього збирають прилад, що складається із фарфорової лійки Б'юхнера, колби Бунзена, запобіжної склянки Вульфа і водоструминного чи масляного насоса Комовського. Розміри лійки Бюхнера повинні відповідати кількості осаду але не рідини. Лійку Б'юхнера вставляють в просвердлену гумову пробку, а останню - у колбу Бунзена. Колбу Бунзена через запобіжну склянку з'єднують з вакуум-насосом. Паперовий фільтр має щільно пристати до сітчастої поверхні лійки, для цього його перед фільтруванням змочують водою. Після закінчення фільтрування тонкою лопаткою піддівають фільтр разом з осадом і кладуть на фільтрувальний папір. Осад з фільтру акуратно знімають. Кристали сушать на повітрі або в сушильній шафі при відповідній температурі. Зробіть рисунок установки для вакуум фільтрування.

Контрольні запитання

1. Які способи миття хімічного посуду використовують в хімічних лабораторіях?
 2. З чого потрібно починати процес миття посуду?
 3. Як необхідно поступати із залишками речовин які можуть залишатися в посуді після роботи?
 4. Чому для механічного видалення осадів, що пристали до стінок посуду не можна використовувати пісок?
 5. Які засоби можна використовувати для хімічного миття посуду?
 6. Як потрібно мити хімічний посуд хромовою сумішшю? Коли вона стає непридатною для миття посуду?
 7. Коли посуд рахується добре вимитим? Як це перевірити?
 8. Як краще сушити вимитий посуд?
 9. Як потрібно зберігати вимитий і висушений посуд?
 10. Який процес називають фільтруванням? Які Ви знаєте способи?
- Прилади звичайного фільтрування і при зниженому тиску.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №2

Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №2

Варіант 1

- 1. Тема:** Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.
- 2. Мета:** Очистити амонію хлорид методом перекристалізації.
- 3. Реактиви і обладнання:** хімічний стакан, фарфорова чашка, лійка, лабораторний штатив, прилад для вакуум - фільтрування, скляна пластинка, амонію хлорид (крист.), 10 %-ий розчин амоніаку, вода дистильована, лід, фільтрувальний папір.

4. Теоретична частина

Розчинність речовин у воді та інших розчинниках є їхньою індивідуальною особливістю. Одні речовини добре розчиняються, інші - навпаки, погано. Розчинність більшості неорганічних речовин у воді, як правило, зростає.

Охолодження насичених гарячих розчинів призводить до виділення із них невеликої кількості кристалів розчиненої речовини. При цьому чим вища концентрація розчиненої речовини в гарячому насиченому розчині, тим більше її виділяється при охолодженні.

Різна розчинність речовин у воді та різний характер її залежності від температури лежать в основі процесу перекристалізації, яка полягає в розчиненні речовини або суміші речовин із наступною їх кристалізацією. Чим нижча температура, при якій проходить процес кристалізації, тим більша кількість кристалів виділяється у тверду фазу. Якщо в насиченому гарячому розчині є механічні нерозчинні домішки, то його фільтрують через лійку для гарячого фільтрування.

При кристалізації розчину, який складається з декількох компонентів, можна досягнути їх розділення. Це пояснюється різним характером розчинності речовин при розділенні в залежності від температури. В певному температурному інтервалі розчин буде насичений по відношенню до одного і ненасичений по відношенню до іншого компонента, який знаходиться в розчині. Це призводить до виділення із розчину тільки одного компонента, а всі інші при цьому залишаються в розчині.

Температурний інтервал кристалізації, а також повнота розділення залежать як від розчинності речовин що розділяються, так і від їх співвідношення у вихідній суміші. Якщо суміш складається із двох компонентів, один з яких у незначній кількості, то процес розділення можна здійснити за допомогою однієї перекристалізації. Якщо вихідний розчин складається з компонентів, які є у рівних співвідношеннях, то процес перекристалізації проводять декілька разів. Повільне охолодження розчинів при кристалізації призводить до росту великих кристалів, які часто є забруднені домішками вихідного розчину. В той же час, при швидкому охолодженні розчину утворюються малі кристали, де домішки відсутні.

Для швидкого охолодження посуд із суспензією поміщають у холодну воду або ємність з льодом. В тих випадках, коли суспензія, яка піддається кристалізації схильна до перенасичення, вводять "затравку", тобто центри кристалізації, якими можуть служити декілька кристаликів даної речовини.

Після закінчення процесу кристалізації, утворені кристали фільтрують на лійці Б'юхнера, промивають і сушать. Промиті кристали спочатку відтискають між листками фільтрувального паперу, потім рівномірним шаром розкладають на фільтр або в чашку Петрі і сушать на повітрі, в сушильній шафі або в ексікаторах. При виборі способу сушіння враховують властивості речовини. В деяких випадках фільтрат після кристалізації частково випарюють для одержання додаткової кількості речовини.

Для охолодження розчинів та перекристалізації їх за температури нижчої 0°C використовують різні охолоджуючі суміші. Найбільш розповсюджені з них є суміші, котрі містять сніг або кусочки льоду у співвідношенні з різними сполуками. Наприклад, суміш, яка складається з трьох частин снігу і однієї частини NaCl знижує температуру до -21°C . Подібні властивості має суміш, яка складається із рівних частин снігу та NH_4NO_3 . Суміш, яка містить 1,5 частин $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ з однією частиною снігу може знизити температуру до -55°C . При змішуванні кусочків льоду з диетиловим ефіром або ацетоном можна знизити температуру до -78°C .

5. Порядок проведення роботи

5.1. Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.

6 г амонію хлориду розчинити в 15 см^3 дистильованої води і додати краплями розчину амоніаку до лужної реакції (проба на лакмус). Потім розчин прокип'ятити протягом 5 хв і відфільтрувати. Стакан з фільтром залишити на 2 години в льодяній воді. Кристали що випали, відфільтрувати вакуум насосом, швидко промити невеликою кількістю льодяної води і сушити на скляній пластинці при кімнатній температурі. Можна ще одержати деяку кількість кристалів з маточного розчину, який випарити до половини об'єму і залишити кристалізуватися в льодяній воді. Скляною паличкою спробувати сухість кристалів. Зважити готовий продукт, вирахувати процент виходу перекристалізованого амоній хлориду. Для цього в довідниковій таблиці (практикум К.В. Леснова) знайдіть розчинність NH_4Cl при 0°C , зробіть розрахунок маси амонію хлориду, що залишиться у воді при охолодженні розчину до 0°C . Різниця маси амонію хлориду взятої для розчинення та залишеної в 15 см^3 води при 0°C і буде теоретичним виходом. Розрахуйте вихід у %. Зробіть висновок: який вид перекристалізації ви використали для очищення амонію хлориду від домішок, та дайте характеристику готового продукту.

Контрольні питання

1. Що називається розчином насиченим, ненасиченим і перенасиченим? Що називається розчинністю?
2. Які методи очищення речовин використовуються?
3. Дайте характеристику різних видів перекристалізації.
4. Розв'яжіть задачу: В 150 мл води при 60°C розчинено 67,5 г безводної солі натрію карбонату. При кристалізації температуру знизили до 0°C . Вирахувати вихід у відсотках, якщо після кристалізації і висушування одержано 125 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. (Відповідь 81,25 %).

Лабораторна робота № 2

Варіант 2

- 1. Тема:** Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.
- 2. Мета:** Очистити натрій тетраборат від домішок методом перекристалізації.
- 3. Обладнання і реактиви:** хімічний стакан, лабораторний штатив, лійка з коротким кінцем, прилад для фільтрування під вакуумом, фільтрувальний папір, натрій тетраборат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, льодяна вода, нітратна кислота (2 мл), аргентум нітрат (0,1 % розчин), розчин натрій хлориду, хлоридна кислота (5 мл), розчин BaCl_2 (10 %) розчин NH_4Cl (10 %), розчин $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.

4. Порядок проведення роботи

4.1. Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.

10 г натрію тетраборату $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ при 60°C розчинити в 25 см³ дистильованої води. Гарячий розчин швидко фільтрують через складчастий фільтр і лійку з коротким кінцем (або лійку з обігрівом). Фільтрат в хімічному стакані повільно охолоджують до $25\text{--}30^\circ\text{C}$, а потім швидко в льодяній воді чи в снігу (використовувати кристалізатор). Для посилення кристалізації розчин помішують скляною паличкою. Кристали, що випали, відфільтрувати під вакуумом, промити невеликою кількістю дистильованої води, охолодженої в льодяній воді. Кристали сушити між листками фільтрувального паперу два дні (проба сухості кристалів скляною паличкою). Сухі кристали зважити і зберігати в банці з притертим корком. Розрахувати практичний вихід у % $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Для цього розрахуйте масу $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, що залишилася в 25 мл води при охолодженні розчину до 0°C , перерахуйте цю масу безводної солі на масу кристалогідрату. Різниця мас натрій тетраборату, яка взята для розчинення і та, що залишилася у воді при 0°C буде теоретичним виходом. Розрахуйте практичний вихід. Зробіть висновок яким способом Ви очистили натрій тетраборат. Дайте його характеристику і вкажіть застосування цієї речовини. Після зважування сухих кристалів дослідіть їх на чистоту:

- а)** проба на хлорид-аніон: розчинити 0,5 г солі в 10 мл води. До розчину додайте 2 мл HNO_3 (1:3) і 1 мл розчину AgNO_3 . Опалесценція, що появилася не повинна бути більшою ніж в розчині 5 г NaCl в 1 мл розчину.
- б)** проба на судьфат-аніоні 0,5 г солі $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ розчинити в 4 мл води, додати розчин HCl (1:5). Додати 1 мл 10 % розчину BaCl_2 . Осаду немає бути.
- в)** проба на катіон Ca^{2+} . Для цього 0,5 г солі розчинити в 10 мл води. До фільтрату додати 5 мл 10 % розчину NH_4Cl і 2 мл 4 % розчину $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, нагріти.
- г)** проба на карбонат-аніон CO_3^{2-} 0,5 г солі розчинити у 8 мл води, нагріти, додати 1-2 мл 25 %-го розчину HCl . Бульбашок газу CO_2 не повинно бути.

Контрольні питання:

1. Що називається розчином?
2. Що називається насиченим, ненасиченим і перенасиченим розчином?
3. Що таке розчинність?
4. Які кваліфікації чистоти реактивів встановлені держстандартом України, і де використовуються кожна з них?

5. Які методи очищення речовин використовуються?
6. Дайте характеристику різних видів перекристалізації.
7. Розв'яжіть задачу: Яка маса $\text{CuSO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ і води потрібна для приготування 100 cm^3 насиченого при 50°C розчину, якщо густина насиченого розчину купрум (II) сульфату дорівнює $1,45 \text{ г/см}^3$? (Відповідь: $56,67 \text{ г}$; $88,33 \text{ cm}^3$)

Лабораторна робота № 2

Варіант 3

1. **Тема:** Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.
2. **Мета:** Очистити натрій карбонат від домішок методом перекристалізації.
3. **Реактиви і обладнання:** безводний Na_2CO_3 , хімічний стакан, лабораторний штатив, лійка з коротким кінцем, прилад для фільтрування під вакуумом, фільтрувальний папір, льодяна вода, термометр, кристалізатор.

5. Порядок проведення роботи

5.1. Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.

20 cm^3 дистильованої води нагріти до 40°C і при перемішуванні скляною паличкою додавайте безводну соду Na_2CO_3 (масу її попередньо зважити) до утворення насиченого розчину (поки кристали не перестануть розчинятися). Запишіть масу солі що розчинилася. Продовжуйте перемішувати розчин ще 15 хв. При цьому осаджуються йони Ba^{2+} , Mg^{2+} в вигляді BaCO_3 , MgCO_3 та інші домішки. Відфільтруйте осад з нагрітим до 40°C розчином через лійку з коротким кінцем. Фільтрат має бути прозорим. Прозорий фільтрат охолоджують проточною водою при безперервному перемішуванні. Якщо кристали не випадають, то необхідно вкинути "затравку" (кристалик чистого $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$). Кристали що випали, відфільтровують під вакуумом, промивають на лійці Б'юхнера невеликою кількістю льодяної води, сушать на повітрі в кристалізаторі чи фарфоровій чашці, накрійтій фільтрувальним папером. Кристали зберігають в щільно закритій банці. Для розрахунку виходу заміряйте температуру проточної води і знайдіть розчинність Na_2CO_3 в довідниковій таблиці, (К.В. Леснова - Практикум по неорганічному синтезу) при цій температурі. Розрахуйте масу солі що залишилася в 20 cm^3 води при охолодженні розчину.

Різниця мас соди, що взята для розчинення і маси соди Na_2CO_3 , що залишилася в розчині при охолодженні і буде теоретичним виходом. Зважте очищений продукт і вирахуйте практичний вихід.

Контрольні питання:

1. Який розчин називається насиченим, ненасиченим і перенасиченим?
2. Які кваліфікації чистоти реактивів встановлені Держстандартом України і де використовується кожна з них?
3. Що таке маточний розчин?
4. Розв'яжіть задачу: в 150 мл води при 60°C розчинено $67,5 \text{ г}$ безводної солі натрію карбонату. При кристалізації температуру понизили до 0°C . Вирахувати вихід у %, якщо після кристалізації і висушування одержано 125 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. (Відп. $81,25\%$).

Лабораторна робота №2

Варіант 4

- 1. Тема:** Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.
- 2. Мета:** Очистити оксалатну кислоту методом перекристалізації.
- 3. Реактиви і обладнання:** Конічна колба на 250 см³, фарфорова чашка, лійка з підігрівом або лійка з коротким кінцем, хімічний стакан, кристалізатор, прилад для вакуум фільтрування, фільтрувальний папір, льодяна вода, оксалатна кислота.

4. Порядок проведення роботи

4.1. Очищення неорганічних речовин методом перекристалізації.

10 г оксалатної кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ розчинити з 20 см³ гарячої води. Одержаний розчин перемішати, швидко відфільтрувати через лійку з коротким кінцем (або лійку з підігрівом). Фільтрат зібрати в стакан занурений в льодяну воду (або сніг), перемішувати скляною паличкою. Кристали, що випали відділити вакуум фільтруванням, кристали відтиснути між листками фільтрувального паперу, сушити на повітрі (проба сухою скляною паличкою). Розрахувати процент виходу продукту оксалатної кислоти. Для цього в довідниковій таблиці (К.В. Леснова Практикум) знайдіть розчинність $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ при 0°C. Зробіть розрахунок маси $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, що залишиться в 20 см³ води при 0°C, перерахуйте її в масу кристалогідрату. Різниця мас оксалатної кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ взятої для розчинення та залишеної в розчині при 0°C і буде теоретичним виходом. Зважте сухі кристали оксалатної кислоти і вирахуйте практичний вихід, у %. Зробіть висновок.

Контрольні питання

1. Який розчин називається насиченим, ненасиченим і перенасиченим?
2. Які методи очищення речовин використовуються?
3. Дайте характеристику різних видів перекристалізації.
4. Розв'яжіть задачу: Приготовлено 200 г 9%-го розчину оксалату амонію при 50°C. Розчин охолодити до 0°C. Після кристалізації і висушування одержано 12 г $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Вирахувати процент виходу. (Відп. 76,48%).

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” ____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №3

**Дистиляція, як один із методів очищення речовин.
Отримання дистильованої та бідистильованої води.**

.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 3

1. Тема: Дистиляція, як один із методів очищення речовин. Отримання дистильованої та бідистильованої води.

2. Мета: Ознайомитися з методами одержання дистильованої води та визначенням її якісних показників.

3. Матеріали і обладнання:

Дистилятор Д-4, омметр, скляні конічні колби, магнітна мішалка, вода водопровідна, оцтова кислота (конц.)

Катіоніт КУ-2, підготовка до роботи: близько 10 г катіоніту вміщують в стакан ємністю 50 см³, доливають 40 см³ 1М розчину оцтової кислоти, перемішують 10-15 хв, зливають кислоту (відфільтровують катіоніт), промивають на фільтрі 150 см³ дистильованою водою і підсушують 1 годину при 65-70°C в струмені повітря.

Водний 0,01 М розчин плюмбум ацетату. Наважку солі плюмбум ацетату Pb(C₂H₃O₂)₂·3H₂O масою 3,794 г розчиняють в 150-200 см³ води, додають 1 см³ концентрованої оцтової кислоти і доводять об'єм розчину до 1000 см³ водою.

Дитизон, індикатор. Близько 0,10 г дитизона розчиняють в 20-25 см³ хлороформу, після того, як повністю розчиниться весь дитизон, доводять об'єм розчину до 200 см³ хлороформом.

4. Теоретична частина

4.1. Дистильована вода

Згідно ГОСТ 6709 – 72 вода дистильована – прозора, безколірна рідина, яка не має запаху, з рН= 5,4÷6,6 і вмістом сухого залишку 5мг/дм³. Дистильована вода – це вода, яка майже не містить неорганічних та органічних речовин і одержують її методом дистиляції (перегонки) водопровідної води. З перегінних апаратів, які використовуються для одержання дистильованої води найбільш часто використовують дистилятор Д-4 (ТУ 64-1-1640-72). При потребі великої кількості води використовують дистилятор Д-25 (ТУ 64-1-2718-73). Перегнану воду зберігають в скляних бутлях. Дистильовану воду в хімічних лабораторіях використовують з метою приготування розчинів, споліскування посуду після миття. Якість води, яку одержують в дистиляторах, залежить від тривалості його роботи. Вода з дистиляторів, які довго працюють може містити хлорид – іони. Вода, що одноразово перегнана в металічних дистиляторах, завжди містить як органічні, так і неорганічні речовини (СО₂, NH₃), наявність яких недопустима при проведенні деяких аналітичних робіт. Для видалення цих речовин проводять бідистиляцію води в скляних апаратах, що дозволяє одержати дистильовану воду без органічних домішок. Для цієї мети в первинний дистилят додають перманганат калію і проводять вторинну перегонку. Для бідистиляції промисловість випускає апарати типу БД-2 (ТУ25-11-1002-75), БД-4 (ТУ 25-11-1019-75), БТ-10 продуктивністю відповідно 1,5–2, 4-5 та 8-10 л/год.

Дистилятори з електронагрівом. На рис.1 показаний дистилятор Д-4, продуктивність якого 4±0,3л/год, потужність 3,6кВт, витрати охолоджуючої води 160л/год. маса апарата без води 13,5 кг. В камері випаровування 1 вода

нагрівається електронагрівачами 3 до кипіння. Утворена пара через патрубок 5 поступає в конденсаційну камеру 7, яка вмонтована в камеру 6, через яку безперервно протікає водопровідна вода. З конденсатора 8 дистилат витікає через ніпель 13. На початку роботи водопровідна вода, яка безперервно поступає через ніпель 12, заповнює водяну камеру 6 і по зливній трубці 9 через зрівнювач 11 заповнює камеру випаровування до певного рівня. По мірі википання, вода буде поступати в камеру випаровування тільки частково. Основна частина, проходячи через конденсатор, точніше через його водяну камеру 6, буде зливатися по зливній трубці у зрівнювач і далі через ніпель 10 в каналізацію. Гаряча вода, яка витікає, може бути використана для господарських потреб.

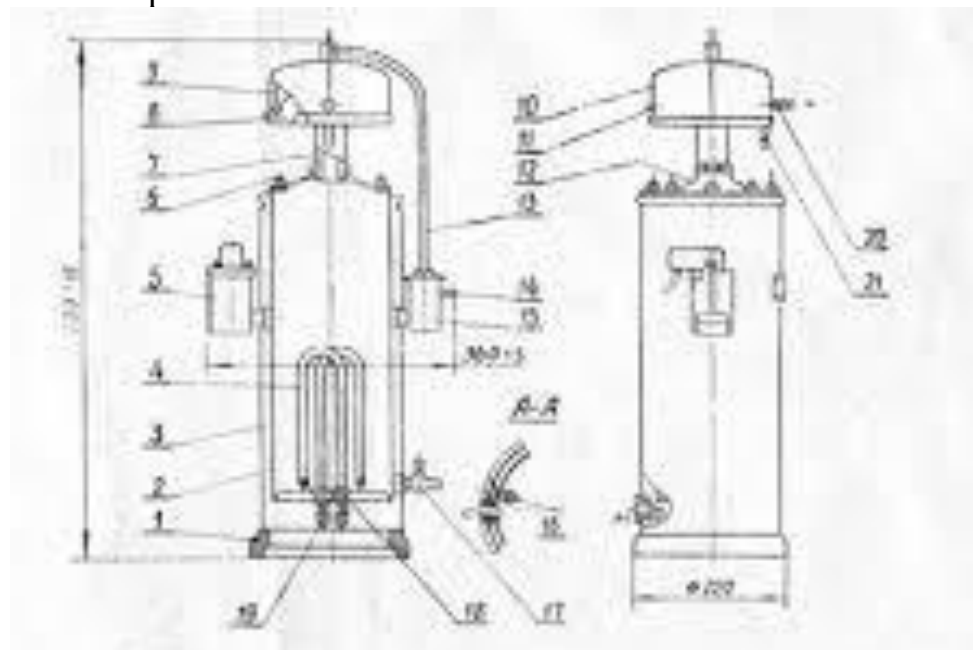


Рис.1. Дистиллятор Д-4:

1-камера випаровування; 2- кожух; 3-електронагрівачі; 4-датчик рівня; 5-патрубок; 6-зовнішня водяна камера; 7- конденсаційна камера; 8-конденсатор; 9- зливна трубка; 10,13-ніпелі для витікання води; 11-зрівнювач; 12-ніпель для подачі води; 14-болт заземлення.

Коли вперше проводять запуск апарата або після ремонту, користуватися дистильованою водою по прямому призначенню можна тільки через 48 год. роботи апарата. Періодично необхідно механічно очищати від накипу електронагрівачі і поплавки датчика рівня. Аналогічну будову має дистиллятор Д-25, продуктивність якого $25 \pm 1,5$ л/год. В цьому апараті є дев'ять електронагрівачів. Для нормальної та тривалої роботи апарата достатньо, щоб одночасно вмикалися шість електронагрівачів. Але для цього потрібно періодично, в залежності від твердості води, проводити механічну очистку від накипу трубок, по яких вода поступає в камеру випаровування.

4.2. Одержання бідистилату. Для одержання дистильованої води високої якості її двічі переганяють, тобто одержують бідистилат за допомогою спеціальної установки, зображеної на рис. 2. Первинна перегонка відбувається в першій секції апарата. До отриманого дистилату додають KMnO_4 для руйнування органічних домішок і потім переводять її в другу колбу, де

відбувається повторна перегонка і бідистилят збирають в колбу-приймач. Нагрівання здійснюють за допомогою електричних нагрівачів, скляні водяні холодильники охолоджуються водопровідною водою. Всі скляні деталі виготовляються із скла пірекс.

4.3. Демінералізація води. При деіонізації (демінералізації) води послідовно здійснюються процеси H^+ - катіонування і OH^- - аніонування, т.б заміщення катіонів, що містяться у воді на іони H^+ та аніони OH^- . Взаємодіючи один з одним іони H^+ та OH^- утворюють молекулу H_2O . Методом деіонізації можна одержати воду з більш низьким вмістом солей, ніж при звичайній дистиляції, але при цьому не руйнуються органічні забруднення.

Іоніти – тверді, практично нерозчинні у воді та органічних розчинниках речовини мінерального та органічного походження, природні та синтетичні. Для демінералізації води найчастіше використовують іонообмінні смоли, що мають високу поглинаючу здатність, механічну міцність та хімічну стійкість.

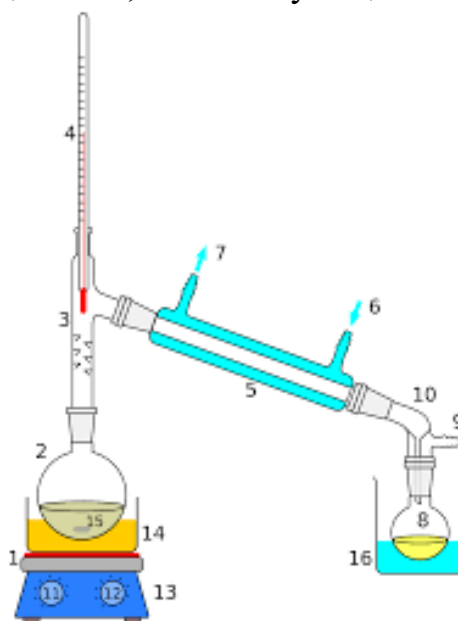


Рис.2. Установка для одержання бідистиляту

Демінералізацію води можна здійснювати послідовним пропусканням водопровідної води через колонку з катіонітом в H^+ формі, потім через колонку з аніонітом в OH^- формі. На рис.17 зображена малогабаритна колонка для демінералізації води. В нижню частину поміщають скляні буси і поверх них шар вати, а потім суміш іоніта з водою. Зверху іоніти покривають шаром вати, а потім скляними бусами і залишають під шаром води на 12 – 24 години. Спустивши воду з катіоніта, колонку заповнюють 2Н розчином HCl , залишають на 12-24 години, спускають розчин кислоти і катіоніт промивають дистильованою водою до нейтральної реакції по метиловому оранжевому. Катіоніт, який переведений в H^+ форму, зберігають під шаром дистильованої води. Аналогічно переводять аніоніт в OH^- форму, витримуючи після набухання в 1Н розчині NaOH . Промивку аніоніта дистильованою водою проводять до нейтральної реакції по фенолфталеїну. Іоніти постійно насичуються, тому необхідно контролювати роботу установки. В перших порціях фільтрату, який пройшов через катіоніт, визначають кислотність

титруванням лугом по фенолфталеїну. Після того, як через колонку пройдуть перші 100 л, знов беруть пробу води з катіонітної колонки і визначають кислотність фільтрату. Якщо спостерігається різке зниження кислотності, перестають пропускати воду і проводять регенерацію катіоніту.

5. Порядок проведення роботи

5.1. Дистиляція води.

5.1.1. Підготувати до роботи апарат для дистиляції води, підключити до електромережі.

5.1.2 За допомогою мегаметра виміряти опір води через кожні 5 хв від початку процесу дистиляції.

5.1.3. Порівняти опір дистильованої води з опором звичайної водопровідної води.

5.1.4. Побудувати графік залежності опору дистильованої води від тривалості процесу дистиляції.

5.2. Демінералізація води

До 100 см³ досліджуваної води вносять 5 г катіоніту КУ-2, 1 краплю концентрованої оцтової кислоти, включають магнітну мішалку і перемішують 5 хв. Вимикають мішалку, через 2 хв відбирають 10-20 см³ обробленої катіонітом води (якщо в ній міститься не менше 1 мг SO²⁻₄) в колбу для титрування. Якщо сульфат-йонів в пробі мало, наприклад, 10-20 мг/л, то відбирають піпеткою 50 мл або більше проби, переносять в колбу для титрування і випаровують до 10-20 мл.

5.3 Аналіз води. В колбу для титрування, де міститься очищена вода, вносять три краплі розчину дитизона і 25 см³ етанолу або пропанолу. Титрують розчином плюмбум ацетату до переходу забарвлення від зеленого (синьо-зеленого) до виразного червоного (цегляно-червоного). Зазвичай проводять три титрування, розраховуючи середній результат.

Контрольні запитання

1. Яка вода називається дистильована? В чому суть дистиляції?
2. В чому різниця між дистильованою та водопровідною водою?
3. В чому різниця між дистильованою та деіонізованою водою?
4. Як визначити якість дистильованої води?
5. Принцип дії дистилятора.
6. Які види забруднень має вода?
7. Яка будова катіоніту КУ-2? Як відбуваються процеси обміну і регенерації катіоніту КУ-2?
8. Для чого отримують бідистильовану воду?

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” ____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №4

Синтез подвійних та середніх солей

.

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №4

Варіант 1

1. Тема: Синтез подвійних солей.

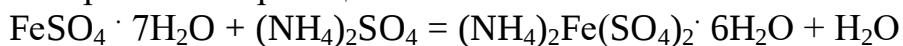
2. Мета: Вивчити процес синтезу солі Мора.

3. Реактиви і обладнання: залізний купорос, амонію сульфат, дистильована вода, хімічні стакани, скляні палички, 2 мл сульфатної кислоти.

4. Теоретична частина

Сіль Мора – кристалогідрат амонію-заліза (II) сульфат $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. В структурі даної сполуки шість молекул води групуються навколо іона Fe^{2+} . Сіль Мора добре кристалізується, не гігроскопічна, більш стійка до окиснення киснем повітря. Молекулярна маса 392,16. Прозорі синьо-зелені кристали, які не змінюються при зберіганні. Розчинність при 70°C в 100 г води: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 266 г, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ – 89,6 г.

Сіль Мора може бути одержана взаємодією розчину залізного купоросу і амоній сульфату, кількість даних солей для одержання 20 г солі Мора розраховують за рівнянням реакції:



5. Порядок проведення роботи

Розчинити 14,2 г залізного купоросу в 5,4 мл води і 6,7 г амоній сульфату в 7,5 мл води. Перевірити, чи відповідають ці співвідношення солі Мора і розчинності солей при 70°C . Розчини змішати, підкислити 2 мл 2 н розчину сульфатної кислоти і повільно охолодити до температури 20°C , декантувати. Одержану сіль промити етиловим спиртом і висушити між листками фільтрувального паперу. Обчислити вихід продукту (теоретичний і практичний).

Контрольні запитання

1. Чи є сіль Мора галуном?

2. Чи є подвійні солі комплексними сполуками? Якщо так, то який катіон є комплексоутворювачем і чому, яка група є лігандом, яке координаційне число, заряд комплексного іону?

3. Де і для чого використовується сіль Мора. Завдяки яким властивостям вона знаходить застосування?

Лабораторна робота №4

Варіант 2

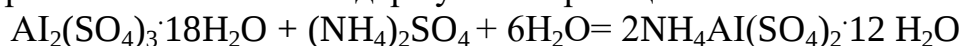
1. Тема: Синтез подвійних солей.

2. Мета: Вивчити процес синтезу та властивості алюмоамонійного галуна.

3. Реактиви і обладнання: кристалічний $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, дистильована вода, 2 мл 2 н розчину сульфатної кислоти, хімічні стакани, скляні палички, колба Бунзена, лійка Б'юхнера, вакуум насос, фільтрувальний папір, електроплита.

4. Теоретична частина

Алюмоамонійні галуни (амоній-алюмінію сульфат) - $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Молекулярна маса 453,93. Безколірні октаедричні кристали, розчинні в воді, температура плавлення 92°C . Одержують за реакцією:



Сульфат алюмінію утворює з сульфатами одновалентних металів подвійні солі – галуни. Галунами називають ізоморфні сполуки, кристалічна ґратка яких складається із іонів $[\text{E}^+(\text{H}_2\text{O})_6]^+$, $[\text{E}^{+3}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ і SO_4^{2-} . Загальна формула галунів $\text{E}^+\text{E}^{3+}(\text{SO}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Відомо декілька десятків подібних сполук. Галуни добре розчинні у воді та кристалізуються з розчинів, утворюючи великі октаедричні кристали. Вони негігроскопічні і ними зручно користуватись.

5. Порядок проведення роботи

Розчинити в гарячій воді: 10 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ – в 15 мл і 20 г $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ – в 40 мл. Розчини відфільтрувати і випарити на маленькому вогні до появи перших кристалів. Змішати два розчини, додати 2 мл 2 н розчину сульфатної кислоти і випарити на водяній бані при температурі 80°C до появи кристалічної плівки. Розчин солі залишити повільно кристалізуватися. З одержаних кристалів відсмоктати вологу через лійку під вакуумом, промити 50 мл води і сушити при кімнатній температурі (тривала сушка може призвести до вивітрювання кристалів), одержану сіль зважити. Обчислити вихід продукту (теоретичний і практичний).

Контрольні запитання

1. Що таке вихід продукту, яке він має значення для хімії і хімічної технології?
2. Що таке випарювання, перегонка, сублімація?
3. За якої температури видаляють при сушінні вологу гігроскопічну і кристалізаційну?
4. Яким зв'язком зв'язана вода з молекулами в кристалогідратах?
5. Розрахувати процент виходу кристалогідрату алюміній-калій сульфату, якщо при кристалізації і висушуванні кристалів утворилось 5,1 г продукту реакції $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Маса маточного розчину, наприклад нехай буде 20 г. Температура 20°C . За рівнянням реакції вирахувати теоретичний вихід $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. По таблиці розчинності знайти розчинність $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ при 20°C . Теоретичний вихід буде становити різницю між теоретичним виходом за рівнянням реакції і масою кристалогідрату, що залишиться в маточному розчині.

Лабораторна робота №4

Варіант 3

1.Тема: Одержання середніх солей.

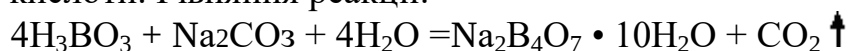
2. Мета: Одержати натрію тетраборат декагідрату $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

3. Обладнання і реактиви: Хімічний стакан на 200 мл, лійка з коротким кінцем, кристалізатор, льодяна вода, установка для вакуум фільтрування, борна кислота, натрію карбонат (10 %-ий розчин $\rho = 1,103 \text{ г/см}^3$).

4. Порядок проведення роботи

4.1. Одержання натрій тетраборату декагідрату

В хімічний стакан налити розчин натрію карбонату (на 20-25 % більше розрахованого за рівнянням реакції) і невеликими порціями внести 8 г ортоборатної кислоти. Рівняння реакції:



Одержаний розчин перемішати, нагріти до 60°C і швидко фільтрувати, фільтрат упарити до розчину густиною $\rho = 1,16 \text{ г/см}^3$. При охолодженні випадають кристали $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Відфільтрувати на вакуум установці, промити невеликою кількістю льодяної води і висушити між листками фільтрувального паперу на протязі 2-3 днів. Розрахувати теоретичний вихід і процент практичного виходу. Дати характеристику продукту реакції, його застосування, зробити висновок якою реакцією (тип реакції) одержано нормальну сіль. Вивчити способи одержання середніх солей, їх властивості.

Контрольні запитання

1. Які хімічні сполуки називаються солями з точки зору ТЕД? Дайте їх класифікацію.

2. Які солі називаються середніми солями?

3. Перерахуйте способи одержання солей. Наведіть рівняння відповідних реакцій.

4. Допишіть рівняння реакцій, дайте назву середнім солям:

а) $\text{NH}_4\text{OH} + \text{HNO}_3 =$

б) $\text{H}_2\text{CO}_3 + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} =$

в) $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_3\text{PO}_4 =$

г) купрум (II) сульфат + діамоній сульфід =

д) сульфатна кислота + натрію гідроксид =

е) натрію карбонат + сульфатна кислота =

є) натрію сульфід + S + H_2O = натрію тіосульфат пентагідрат

ж) $\text{Fe} + \text{J}_2 =$

з) $\text{CuO} + \text{H}_2\text{SO}_4 =$

к) Карбон (IV) оксид + їдкий натр =

5. Розв'яжіть задачу: Вирахувати об'єм 20 %-го розчину сульфатної кислоти, який необхідно взяти для одержання ферум (II) сульфату гептагідрату $\text{FeSO} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ з 25 г залізних ошурків, що містять 5 % домішок! Вирахувати практичний вихід в (%), якщо одержано 80,00 г $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Лабораторна робота №4

Варіант 4

1.Тема: Одержання середніх солей.

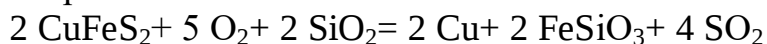
2. Мета: Одержати купрум (II) ацетат.

3. Обладнання і реактиви: сіль міді ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), Na_2CO_3 (12 % розчин), льодяна оцтова кислота, аміак ($\rho=0,91 \text{ г/см}^3$).

4. Теоретична частина

Із природних сполук міді найбільше значення мають мінерали: мідний колчедан (халькопірит) CuFeS_2 , мідний блиск CuS_2 , а також малахіт $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ та ін. Мідь безпосередньо реагує з киснем. При температурі червоного розжарювання утворюється CuO , а при вищій температурі - Cu_2O . Внаслідок окиснення на повітрі мідь покривається щільною зелено-сірою плівкою основного карбонату. З воднем мідь не реагує.

Для одержання міді використовують піро- і гідрометалургійні процеси. Пірометалургійний процес одержання міді з сірчистих руд типу CuFeS_2 можна виразити сумарним рівнянням:



Гідрометалургійні методи одержання міді побудовані на селективному розчиненні мідних мінералів в розбавлених розчинах сульфатної кислоти або аміаку. Із одержаних розчинів мідь витісняють залізом або виділяють електролізом. Максимальне координаційне число міді (II) рівне 6, що відповідає октаедричним комплексам. Для міді (II) характерні як катіонні так і аніонні комплекси. Так при розчиненні солей $\text{Cu}(\text{II})$ у воді або при взаємодії CuO (чорного кольору) і $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (голубого кольору) з кислотами утворюються голубі аквакомплекси $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$. Такий же колір мають більшість кристалогідратів.

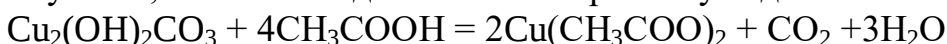
Ацетат міді ($\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) – голубо-зелений дрібнокристалічний порошок, розчинний у воді та спирті. При температурі більше 100°C втрачає кристалізаційну воду.

11.Порядок проведення роботи

15-20 г мідного купоросу розчиняють в 100-150 мл води. Якщо необхідно, то розчин фільтрують і нагрівають. Розчин сульфату міді тонкою цівкою вливають в 65-85 мл нагрітого до 60°C розчину соди, помішуючи паличкою. Випадає осад основного карбонату міді, який відстоюють, потім промивають водою до видалення сульфат-іону. Рівняння реакції:



Чистий осад змішати з 60 мл води, збовтати і додати в суміш 0,5 мл розчину аміаку. Осад відстоюють, рідину декантують, а осад промивають 2-3 рази гарячою водою. В фарфорову чашку наливають 50-70 мл води, нагрітої до 60°C , додають 6,5-8 мл льодяної ацетатної кислоти і поступово, при перемішуванні, вносять осад основного карбонату міді:



Нерозчинний осад фільтрують, фільтрат випарюють на водяній бані (*працюють під витяжкою*). При охолодженні випадають кристали ацетату міді, їх фільтрують і сушать при кімнатній температурі.

Контрольні запитання

1. В яких випадках із однієї нерозчинної солі утворюється в розчині інша нерозчинна сіль?
2. Що таке добуток розчинності? Для яких речовин він використовується?
3. Визначте кількість кристалогідрату $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ і води, необхідні для приготування 500 г 30 %-го розчину барій хлориду.
4. Скільки алюмокалієвих квасців буде отримано при взаємодії 40 г алюміній сульфату із сульфатом калію? Розрахувати вихід, якщо після кристалізації отримали 48 г продукту.
5. Приготували 200 г 9 % розчину оксалату амонію при 50°C . Розчин охолодили до 0°C . При кристалізації отримали 12 г $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Вирахувати процентний вихід оксалату амонію.
6. Наведіть приклади різного типу солей та способи їх одержання.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №5

Одержання кислих та основних солей

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №5

Варіант 1

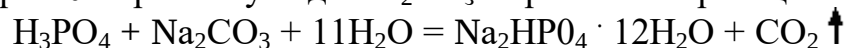
1. Тема: Одержання кислих солей.

2. Мета: Освоїти методику одержання кислих солей на прикладі гідрату гідрогенфосфату $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

3. Обладнання і реактиви: хімічний стакан 200 мл, фарфорова чашка, водяна баня, лійка, фільтрувальний папір, установка для вакуум фільтрування; 20 % ний розчин H_3PO_4 ; насичений розчин Na_2CO_3 при 20° С, фенолфталеїн.

4. Порядок проведення роботи

В фарфорову чашку поміщають 50 см³ 20 %-го розчину ортофосфатної кислоти H_3PO_4 , нагрівають на водяній бані і додають розрахований об'єм насиченого при 20°С розчину соди Na_2CO_3 за рівнянням реакції:



Розчин соди додають до слаболужної реакції по фенолфталеїну (до стійкого малинового забарвлення). Одержаний розчин фільтрують, випарюють до початку кристалізації і охолоджують. Кристали відфільтровують на лійці Б'юхнера і висушують між листками фільтрувального паперу при кімнатній температурі.

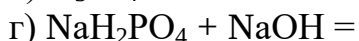
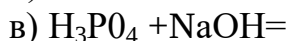
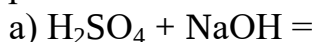
Розрахувати вихід солі у відсотках. Дати характеристику продукту, його застосування. Зробити висновки. Освоїти методику розрахунків.

Контрольні запитання

1. Які солі називаються кислими?

2. Написати рівняння реакції для одержання натрій гідрогенфосфату, натрій дигідрогенфосфату всіма можливими способами.

3. Напишіть рівняння реакції утворення кислих солей між наступними речовинами:



4. Здійснити перетворення, написавши відповідні рівняння реакцій:

кальцій фосфат $\rightarrow$ кальцій дигідрогенфосфат $\rightarrow$ кальцій гідрогенфосфат $\rightarrow$ фосфатна кислота $\rightarrow$ кальцій фосфат.

5. Розв'язати задачу: на 25 см³ 20 % розчину ортофосфатної кислоти ($\rho = 1.085 \text{ г/см}^3$) подіяли 22 см³ 10 % розчину натрію гідроксиду ($\rho = 1.109 \text{ г/см}^3$). Яка маса динатрій гідрогенфосфату додегідрату утворилася при цьому, якщо втрати виробництва складають 5 % від теоретичного виходу.

Лабораторна робота №5

Варіант 2

1. Тема: Одержання кислих солей.

2. Мета: Одержати амонію гідрогенфосфат $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

3. Обладнання і реактиви: хімічний стакан на 200 мл, лійка з коротким кінцем, установка для вакуум фільтрування, фільтри і фільтрувальний папір, ареометр, фосфатна кислота ($\rho=1,12 \text{ г/см}^3$), розчин амоніаку ($\rho=0,91 \text{ г/см}^3$), фенолфталеїн, дистильована вода.

4. Порядок проведення роботи

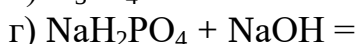
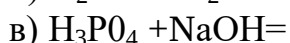
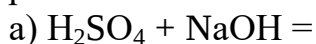
До 50 мл фосфатної кислоти ($\rho=1,12 \text{ г/см}^3$) додавати амоніак ($\rho=0,91 \text{ г/см}^3$) невеликими порціями до лужної реакції (проба по фенолфталеїну). Одержаний розчин прокип'ятити (працювати під витяжкою), профільтрувати, фільтрат випарити до густини $1,4 \text{ г/см}^3$. Потім знову додавати амоніак до лужної реакції по фенолфталеїну і охолодити. Кристали, що випали відфільтрувати на вакуум установці, відтиснути між листками фільтрувального паперу і очистити. Для цього одержані кристали перенести в хімічний стакан, розчинити в 100 мл води, долити розчин амоніаку до лужної реакції по фенолфталеїну, прокип'ятити, профільтрувати, додати розчин амоніаку до появи запаху і охолодити до $16-18^\circ\text{C}$. Кристали, що випали профільтрувати на лійці Б'юхнера, відтиснути між листками фільтрувального паперу і висушити на повітрі. Записати рівняння реакції, вирахувати теоретичний вихід і практичний вихід (у %). Дати характеристику продукту, його застосування. Зробити висновок.

Контрольні запитання

1. Які солі називаються кислими? Дайте приклад і напишіть рівняння ступінчатої дисоціації кислої солі. Як дають назву кислим солям?

2. Які кислоти можуть утворювати кислі солі? Напишіть їх молекулярні формули і дайте їм назву.

3. Напишіть рівняння реакції утворення кислих солей між наступними речовинами:



4. Здійснити перетворення, написавши відповідні рівняння реакцій:

трикальцій фосфат $\rightarrow$ кальцій дигідрогенфосфат $\rightarrow$ кальцій гідрогенфосфат $\rightarrow$ фосфатна кислота.

5. Розв'язати задачу: який об'єм ортофосфатної кислоти ($\rho=1,12 \text{ г/см}^3$) необхідно взяти для взаємодії з 31 кг трикальційфосфату щоб утворився кальцій дигідрофосфат?

Лабораторна робота № 5

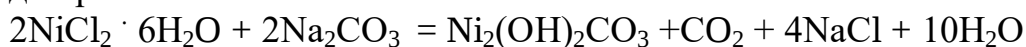
Варіант 3

- 1. Тема:** Одержання основних солей.
- 2. Мета:** Одержати основну сіль нікелю (II) гідроксокарбонат.
- 3. Обладнання і реактиви:** хімічні стакани об'ємом 200 мл., фільтри, лакмус, установка для фільтрування під вакуумом, солі: нікелю (II) хлорид гексагідрат $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, натрію карбонат.

Основний карбонат нікелю має змінний склад: $\text{NiCO}_3 \cdot x\text{Ni}(\text{OH})_2$ – це світло-зелений порошок, розчинний в розведених кислотах, аміаку. У воді нерозчинний.

4. Порядок проведення роботи

Розчинити в хімічному стакані 10 г Na_2CO_3 в 40 мл води і нагріти до кипіння. В іншому стакані приготувати розчин нікель (II) хлориду: 10 г $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ розчиняють при нагріванні в 25 мл води. Розчин солі нікелю поступово вливають в розчин Na_2CO_3 (реакція розчину має бути лужна по лакмусу). Осад основної солі нікелю промивають гарячою водою, декантацією до видалення хлорид йонів (проба з $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$), відфільтровують на лійці Б'юхнера і висушують за температури 30-35 °С. Розрахувати теоретичний і практичний вихід згідно рівняння:



Солі NiCl_2 і Na_2CO_3 спершу гідролізують, а потім продукти гідролізу взаємодіють між собою і утворюють основну сіль.

Контрольні запитання

1. Які хімічні сполуки називаються основними солями. Напишіть формули кількох основних солей.
2. Напишіть рівняння гідролізу NiCl_2 і Na_2CO_3
3. Написати рівняння утворення основних солей:
 $\text{FeCl}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} =$
 $\text{CuSO}_4 + \text{Na}_2\text{CO}_3 =$
 $\text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{HCl} =$
4. Допишіть рівняння:
 $(\text{FeOH})^{2+} \text{SO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{SO}_4 =$
 $\text{FeOHCl}_2 + \text{?} = \text{FeCl}_3 +$
5. На взаємодію з BaCO_3 пішло 50 см³ розчину HNO_3 ($\rho=1,20$ г/см³).
Вирахувати % виходу, якщо одержано 30 г $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$.

Лабораторна робота №5

Варіант 4

1. Тема: Синтез основних солей.

2. Мета: Вивчити процес синтезу та властивості малахіту.

3. Реактиви і обладнання: водний розчин $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (50 мл), розчин Na_2CO_3 (або K_2CO_3), хімічний стакан, колба Бунзена, лійка Б'юхнера, вакуум насос, фільтрувальний папір, скляні палички.

4. Теоретична частина

Із природних сполук міді найбільше значення мають мінерали: мідний колчедан (халькопірит) CuFeS_2 , мідний блиск CuS_2 , а також малахіт (гірська зелень) $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$.

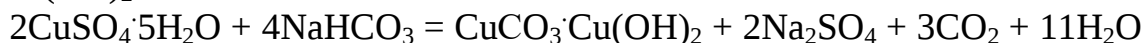
Мідь - метал червоного кольору з гранецентрованою кубічною решіткою. Оскільки в утворенні зв'язку з міддю приймають участь ns- так і (n-1) d-електрони, температура плавлення у неї вища ніж у лужних металів. Мідь безпосередньо реагує з киснем. При температурі червоного розжарювання утворюється CuO , а при вищій температурі - Cu_2O . Внаслідок окиснення на повітрі мідь покривається щільною зелено-сірою плівкою основного карбонату. З воднем мідь не реагує.

Основний карбонат міді $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ - світло-зелений дрібнозернистий аморфний порошок, при 200°C розкладається на оксид купруму (II), карбон (II) оксид та воду. У воді та спирті сіль не розчиняється, розчиняється в кислотах, солях амонію, утворюючи комплексні сполуки. Стійкий на повітрі.

5. Порядок проведення роботи

У фарфоровій ступці змішують 20 г дрібно розтертої солі $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ з гідрокарбонатом натрію (кількість NaHCO_3 розраховують за рівнянням реакції та беруть на 10-12 % більше розрахованого). В хімічному стакані нагрівають до кипіння 200 мл води. Суміш всипають невеликими порціями в киплячу воду, швидко перемішують. При цьому спостерігається спінювання. Наступну порцію вносять після припинення спінювання.

Вміст стакану кип'ятять 15-20 хв. Для видалення з розчину CO_2 . В результаті утворюються основні солі змінного складу. При багатогодинному витримуванні під розчином осад поступово перетворюється в сіль складу $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$:



Осад дають вистоятися, промивають гарячою водою, відмивають від сульфат-іонів, потім спиртом. Основну сіль відфільтровують на лійці під вакуумом, висушують кристали між листками фільтрувального паперу при кімнатній температурі, потім сушать в сушильній шафі за $80-90^\circ\text{C}$.

Написати рівняння реакції та обчислити вихід продукту (теоретичний і практичний).

Контрольні запитання

1. До якого типу сполук відноситься малахіт, які ще відомі сполуки подібного складу?
2. Хімічні та фізичні властивості малахіту, якими якостями складових атомів вони зумовлені?
3. Чим пояснити кристалізацію малахіту при розчиненні вихідних речовин?
4. Розрахуйте який об'єм вихідного 2 н розчину NaOH необхідний для приготування 300 мл 0,2 н розчину лугу.
5. Скільки оксиду міді (II) отримають при прожарюванні основного карбонату міді, якщо вихід оксиду міді (II) становить 80 % від теоретичного?
6. Приготували насичений при 60 °C розчин KNO₃ в 150 мл води. Скільки г солі викристалізується при зниженні температури до 10 °C? Визначити процентний вихід нітрату калію, якщо після кристалізації і висушування отримали 120 г KNO₃.
7. При 70 °C приготували 1 кг 30 % розчину оксалатної кислоти. Розчин відфільтрували і охолодили до 0 °C. Розрахувати відсотковий вихід, якщо отримали 300 г H₂C₂O₄·2H₂O.
8. Скільки 10 % розчину потрібно для утворення комплексної солі при взаємодії з 50 г мідного купоросу? Розрахувати вихід солі, якщо її утворилося 42 г.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №6

Одержання основних та кислотних оксидів

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 6

Варіант 1

1. Тема: Одержання купрум (II) оксиду.

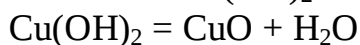
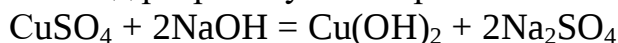
2. Мета: Одержати купрум (II) оксиду з $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

3. Реактиви і обладнання: хімічні стакани, фарфорова чашка, установка для фільтрування під вакуумом, фільтри паперові, барію хлорид дигідрат (крист.), розчин NaOH ($\rho = 1.2 \text{ г/см}^3$), $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; NaOH; розчин аміаку ($\rho = 0.91 \text{ г/см}^3$); залізо (стружка); цинк (гранульований).

4. Порядок проведення роботи

4.1. Одержання купрум II оксиду

Розчиняють 15 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 60 мл води, розчин нагрівають. 5 г NaOH розчиняють в 90 мл води, розчин фільтрують, нагрівають до $80 - 90^\circ\text{C}$ і вливають гарячий розчин сульфату міді (II). Суміш нагрівають при 90°C 10 – 15 хв. Осад, що випав, відстоюють, промивають водою до видалення SO_4^{2-} іона (проба $\text{BaCl}_2 + \text{HCl}$), потім до осаду доливають 6 мл розчину аміаку і дають постояти 1 – 1,5 год. Розчин декантують, осад промивають 5 – 6 раз гарячою водою. Перевіряють відсутність SO_4^{2-} іона. Залишки вологи з промитого купрум (II) оксиду відсмоктують під вакуумом, висушують при $200 - 300^\circ\text{C}$, подрібнюють і зважують. Вихід розраховують за рівнянням:



Контрольні запитання

1. Які речовини називаються оксидами? На які дві групи вони поділяються?
2. Записати рівняння реакцій одержання оксидів всіма можливими способами.
3. Зробити перетворення, написавши рівняння реакцій:
4. барію нітрат $\rightarrow$ барію гідроксид $\rightarrow$ барію карбонат $\rightarrow$ барію гідрокарбонат $\rightarrow$ барію оксид $\rightarrow$ барію гідроксид.
5. Вирахувати масу $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, що утвориться із 60 г 10 %-го розчину BaCl_2 . Скільки мл розчину NaOH ($\rho = 1.2 \text{ г/см}^3$) потрібно для осадження BaCl_2 .
6. Визначте відсоткову концентрацію розчину, отриманого при змішуванні 150 г 20 %-го та 250 г 40 %-го розчину AgNO_3 .
7. Скільки магній оксиду потрібно для взаємодії з 50 мл нітратної кислоти густиною 1.4 г/см^3 ? Взяти надлишок оксиду магнію рівний 10 %.
8. 21,42 г безводного оксалату амонію розчинено в 200 мл води при 50°C . Скільки г солі повинно викристалізуватись при пониженні температури до 0°C ? Перерахувати на кристалогідрат. Вирахувати процент виходу, якщо після кристалізації і висушування утворилося 16 г $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Лабораторна робота №6

Варіант 2

- 1. Тема:** Одержання оксидів, гідроксидів.
- 2. Мета:** Одержати оксид магнію взаємодією солі магнію з карбонатом натрію.
- 3. Обладнання і реактиви:** хімічні стакани, фарфорові чашки, фарфоровий тигель, установка для фільтрування під вакуумом, муфельна піч, хлорид магнію (крист.) $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, сода кристалічна $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, вода дистильована, фільтри паперові, фенолфталеїн, термометр.

4. Порядок проведення роботи

Розчинити 10 г магній хлорид гексагідрат $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в 20 см³ води, нагріти 20 хв. при 70° С, перемішати, відфільтрувати. В іншому хімічному стакані розчинити 25 г натрій карбонату декагідрат ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) в 70 см³ води, профільтрувати. Два приготовлених розчини зливають разом до лужної реакції по фенолфталеїну. Суміш кип'яють 20 хв. і декантують. До осаду основної солі магнію дигідроксикарбонату долити 30 см³ води, перемішати і знову декантувати. Промивання здійснити 3-4 рази від хлорид-йонів. Осад основної солі відфільтрувати на лійці Б'юхнера, промити, вийняти осад з фільтром і просушити при температурі 110-120° С. Одержаний магній дигідроксикарбонат $\text{Mg}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ прожарюють в тиглі при 660-750° С в муфельній печі на протязі 3-х годин. Зважити продукт і зберігати в щільно закритій банці. Для вирахування теоретичного виходу записують рівняння реакції і визначають, яка речовина взята в надлишку для реакції при утворенні основної солі $\text{Mg}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$. Для визначення теоретичного виходу магній оксиду записують рівняння термічного розкладу основної солі. Вираховують процент виходу продукту MgO відносно теоретичного.

Зробити висновок про спосіб одержання даного оксиду, дати його характеристику, вказати де використовується цей оксид.

Контрольні запитання

1. Які речовини називаються основами? Подати їх класифікацію.
2. Дати визначення кожної групи оксидів, наведіть формули представників оксидів кожної групи.
3. Дати назву оксидів за сучасною номенклатурою: CO_2 , CO , FeO , Fe_2O_3 , Na_2O .
4. Записати рівняння реакцій одержання оксидів всіма можливими способами.
5. Написати рівняння реакцій одержання оксиду магнію між хлоридом магнію і карбонатом натрію з наступним розкладом основної солі при нагріванні.
6. Розв'язати задачу: обчислити процент виходу купрум (II) оксиду при прожарюванні 50 г купрум (II) дигідроксикарбонату, якщо при цьому одержано 28,78 г купрум (II) оксиду.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №7

Одержання лугів та амфотерних гідроксидів

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №7

1. Тема: Одержання гідроксидів.

2. Мета: Одержати гідроксид алюмінію. Одержати гідроксид барію

3. Обладнання і реактиви: хімічні стакани, фарфорові чашки, фарфоровий тигель, установка для фільтрування під вакуумом, муфельна піч, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, NaOH ($\rho=1,33\text{ г/см}^3$), $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, розчин аміаку ($\rho=0,96\text{ г/см}^3$, тобто 10 %), NH_4Cl (2 н розчин), вода дистильована, фільтри паперові, фенолфталеїн, термометр; барію хлорид дигідрат (крист.), розчин NaOH ($\rho=1,2\text{ г/см}^3$), $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; NaOH ;

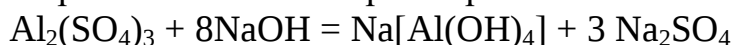
4. Теоретична частина

Гідроксид алюмінію $\text{Al}(\text{OH})_3$ – білий кристалічний порошок, майже нерозчинний у воді; свіжо осаджений гідроксид, що довго був під водою, майже нерозчинний в кислотах і лугах. Якщо гідроксид нагріти до 130°C , то він втрачає реакційну здатність. $\text{Al}(\text{OH})_3$ має амфотерні властивості.

5. Порядок проведення роботи

5.1. Одержання алюміній гідроксиду

Із солі алюмінію дією луку спочатку отримують алюмінат, потім алюмінат руйнують карбонатом амонію при нагріванні:



40 г сульфату алюмінію розчиняють в 60 мл води. Розчин фільтрують, нагрівають до $75-80^\circ\text{C}$ і тонкою цівкою приливають NaOH (кількість якого розраховують за рівнянням реакції і беруть надлишок 25 %). Отриманий розчин нагрівають до $70-80^\circ\text{C}$ протягом 20-30 хв. і фільтрують. Фільтрат повинен бути абсолютно прозорий, якщо мутний, фільтрують ще раз. Осад на фільтрі промивають 8-12 мл гарячої дистильованої води (промивну воду зливають в фільтрат). Фільтрат знову нагрівають до $80-85^\circ\text{C}$ і додають розчин свіжо приготовленого карбонату амонію (13-14 г карбонату амонію розчиняють в 50 мл води). Суміш нагрівають 20 хв при $80-85^\circ\text{C}$. Осад алюміній гідроксиду, що випав, відстоюють 30 хв, зливають розчин. Осад промивають декантацією гарячою водою (від сульфат-іонів) і фільтрують під вакуумом. Гідроксид алюмінію висипають у фарфорову чашку і висушують у сушильній шафі до постійної маси.

5.2. Одержання барію гідроксиду

Розчиняють 9 г $\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ в 17 см^3 води і додають розрахований за рівнянням реакції об'єм розчину натрій гідроксиду. Одержану суміш нагрівають до кипіння і відфільтровують у фарфорову чашку, в яку налито 5 см^3 води. При охолодженні барію гідроксид кристалізується. $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ відфільтровують на лійці Б'юхнера, промивають на лійці невеликою кількістю охолодженої води і сушать між листками фільтрувального паперу. Зважують і зберігають гідроксид барію в банці з притертим корком.

Дайте характеристику одержаного продукту. Зробіть висновок

Контрольні запитання

1. Які речовини називаються основами? Подати їх класифікацію.
2. Дати визначення кожної групи оксидів, наведіть формули представників оксидів кожної групи.
3. Записати рівняння реакцій одержання гідроксидів всіма можливими способами.
4. Написати рівняння реакцій одержання оксиду магнію з хлориду магнію і карбонату натрію з наступним розкладом основної солі при нагріванні.
5. Визначте кількість кухонної солі та води, необхідні для приготування 500 15 %-го розчину.
6. В результаті взаємодії 50 мл нітратної кислоти густиною $1,20 \text{ г/см}^3$ з надлишком карбонату барію отримали 30 г нітрату барію. Розрахувати вихід.
7. 26,5 г борної кислоти розчинено при 70°C в 150 мл води. Скільки борної кислоти викристалізується при зниженні температури до 10°C ? Визначити процентний вихід кислоти, якщо після кристалізації і висушування отримали 18,5 г H_3BO_3 .
8. Визначте кількість натрій гідроксиду і води, необхідні для приготування 250 г 40 %-го розчину.
9. Скільки 15% розчину сульфатної кислоти потрібно для отримання сульфату плюмбуму із 20 г нітрату плюмбуму? Розрахувати вихід, якщо після висушування 15 г сульфату плюмбуму.
10. 90 г безводного Na_2CO_3 розчинено в 200 мл води при 60°C . При кристалізації розчину температура знизилася до 0°C . Визначити процентний вихід, якщо маса чистого $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ після кристалізації становить 150 г.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №8

Одержання кислот

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 8

Варіант 1

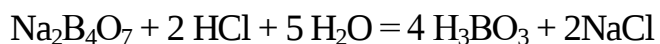
1. **Тема:** Одержання кислоти.
2. **Мета:** Одержати ортоборатну кислоту.
3. **Обладнання і реактиви:** хімічний стакан, фарфорова чашка, установка для фільтрування під вакуумом, натрій тетраборат декагідрат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, хлоридна кислота HCl ($\rho=1,12 \text{ г/см}^3$), фільтри, вода дистильована.

4. Теоретична частина

Ортоборатна кислота (H_3BO_3) – кристалічна речовина. Кристали її подібні на білу луску з перламутровим блиском. Ортоборатна кислота розчинна у воді, спирті та етері. При нагріванні від 80 до 110°C вона частково переходить в метаборну кислоту HBO_2 , за $140\text{-}160^\circ\text{C}$ – в тетраборатну кислоту $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$.

5. Порядок проведення роботи

Розчинити 10 г натрію тетраборату декагідрат $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ в 25 мл кип'ячої води, додати 12 мл розчину HCl ($\rho = 1,12 \text{ г/см}^3$) і залишити стояти на добу. Проходить реакція:



Осад ортоборатної кислоти, що утворився, промити невеликою кількістю води і відфільтрувати на лійці Б'юхнера, сушити між листками фільтрувального паперу при кімнатній температурі або при $50\text{-}60^\circ\text{C}$ в сушильній шафі. Для розрахунку теоретичного виходу, треба знайти за рівнянням реакції, яка з реагуючих речовин є в надлишку. За масою речовини яка повністю прореагує, знаходять масу ортоборатної кислоти. Знайти практичний вихід. Зробити висновок, описати властивості і застосування ортоборатної кислоти.

Контрольні запитання

1. Як класифікують кислоти?
2. Наведіть формули, назви кислот. Наведіть сильні і слабкі кислоти.
3. Як визначають основність кислоти?
4. Наведіть найважливіші хімічні властивості кислот. Напишіть рівняння реакцій.
5. Розрахуйте, скільки мл 20% -го розчину HCl потрібно для одержання боратної кислоти із 30 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.
6. Допишіть рівняння реакцій, дайте назву кислотам:
7. $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{кислота} \downarrow +$
8. Натрію нітрат + сульфатна кислота_(конц) =
9. Динатрій гідрофосфат + гідрогенхлорид $\uparrow$ = ортофосфатна кислота +
10. $\text{I}_2 + \text{нітратна кислота} \rightarrow \text{йодіовата кислота} + \text{нітроген (II) оксид} + \text{H}_2\text{O}$.
11. Знайдіть масу лугу (NaOH) та води, які необхідні для приготування 250 мл 2 н розчину, густина якого $1,07 \text{ г/см}^3$.
12. В результаті взаємодії 50 мл нітратної кислоти густиною $1,20 \text{ г/см}^3$ з надлишком карбонату барію отримали 30 г нітрату барію. Розрахувати вихід.
13. Приготували 150 г 23% розчину бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ при 80°C . Розчин відфільтрували та охолодили до 10°C . Після висушування отримали 50 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Розрахувати процентний вихід бури.

Лабораторна робота № 8

Варіант 2

1. Тема: Одержання кислоти.

2. Мета: Одержати метакремнієву кислоту.

3. Обладнання і реактиви: хімічний стакан, фарфорова чашка, установка для фільтрування під вакуумом, вода дистильована, рідке скло (Na_2SiO_3), 15 мл HCl (5 % розчин).

4. Теоретична частина

Метакремнієва кислота – желатиноподібна маса, погано розчинна у воді. В лабораторній практиці зазвичай отримують кремнієву кислоту складу $m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ і тільки при випарюванні у вакуумі її розчину, отриманого діалізом, залишається блискуча склоподібна маса H_2SiO_3 (формула умовна).

5. Порядок проведення роботи

25 г рідкого скла розбавляють водою приблизно в 4 рази ($\rho=1,1 \text{ г/см}^3$). Розчин відфільтровують. До фільтрату додають розчин HCl 5 мл, до кислоти реакції на лакмус. Утворений желатиноподібний гель промивають 3-4 рази гарячою водою, фільтрують під вакуумом і висушують за $60-80^\circ\text{C}$, розклавши масу тонким шаром на пергаменті, до тих пір, поки маса не почне розсипатися.

Продукт, що висох ($m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) переносять в банку, заливають концентрованою хлоридною кислотою (10 мл), перемішують 20-30 хв, доливають 50 мл води, знову перемішують і фільтрують, попередньо відмивши від хлорид-іонів гарячою водою. Висушують за температури 80°C в фарфоровій чашці.

Контрольні запитання

1. Що називаються кислотами з точки зору ТЕД?
2. Як класифікують кислоти?
3. Наведіть формули, назви кислот. Наведіть сильні і слабкі кислоти.
4. Розрахуйте, скільки мл 5 %-го розчину HCl потрібно для одержання метакремнієвої кислоти із 30 г рідкого скла.
5. Допишіть рівняння реакцій, дайте назву кислотам:
 $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{кислота} \downarrow +$
 $\text{SnCl}_4 + \text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{H}_2\text{SnO}_3 \downarrow +$
6. 3. Визначте молярну концентрацію 27 %-го розчину хлоридної кислоти, густина якого дорівнює $1,137 \text{ г/см}^3$.
7. Скільки технічного вапняку (CaCO_3) що містить 30 % домішок потрібно для взаємодії з 25 мл 20 % хлоридної кислоти?
8. При 70°C розчиняють 30 г безводної щавелевої кислоти в 50 мл води. Скільки г безводної кислоти викристалізується при зниженні температури до 0°C ? Перерахувати на кристалогідрат і вирахувати процентний вихід, якщо після кристалізації і висушування отримали 25 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Лабораторна робота № 8

Варіант 3

1. Тема: Одержання кислоти.

2. Мета: Одержати оксалатну кислоту.

3. Обладнання і реактиви: хімічний стакан, фарфорова чашка, установка для фільтрування під вакуумом, зворотний холодильник, вода дистильована, HNO_3 ($\rho=1,25 \text{ г/см}^3$), цукор ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$).

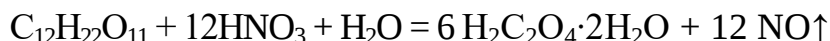
4. Теоретична частина

Оксалатна кислота ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) – безбарвні призматичні кристали, добре розчинні у воді та спирті, мають відновлюючі властивості. При зберіганні в ексикаторі над сульфатною кислотою або за температури вище 30°C втрачають кристалізаційну воду. Повне обезводнення відбувається за температури 100°C . Безводна оксалатна кислота плавиться за 180°C , за вищої температури розкладається:



5. Порядок проведення роботи

До 12 г цукру додають 60 мл 45 % HNO_3 . Суміш кип'ятять в колбі із зворотним холодильником на повільному полум'ї до припинення виділення оксидів нітрогену. Рівняння реакції:



Потім зворотний холодильник міняють на прямий і відганяють воду та HNO_3 до тих пір, поки об'єм рідини не стане рівним приблизно 25 мл. При охолодженні розчину, що залишився виділяються кристали оксалатної кислоти. З них відтягують вологу і очищують перекристалізацією (див. Лабораторна робота 2). Кристали оксалатної кислоти не повинні містити йон NO_3^- . Якщо вони є, кислоту знову перекристалізують.

Контрольні питання:

1. Розрахуйте, скільки мл 45 %-го розчину HNO_3 потрібно для одержання оксалатної кислоти із 50 г цукру.
2. 7. Визначте відсоткову концентрацію розчину, отриманого при змішуванні 150 г 20 %-го та 250 г 40 % -го розчину AgNO_3 .
3. 21,42 г безводного оксалату амонію розчинено в 200 мл води при 50°C . Скільки г солі повинно викристалізуватись при пониженні температури до 0°C ? Перерахувати на кристалогідрат. Вирахувати процент виходу, якщо після кристалізації і висушування утворилося 16 г $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
4. Визначте молярну концентрацію 27 %-го розчину хлоридної кислоти, густина якого дорівнює $1,137 \text{ г/см}^3$.
5. Скільки технічного вапняку (CaCO_3) що містить 30 % домішок потрібно для взаємодії з 25 мл 20 % хлоридної кислоти?
6. При 70°C розчиняють 30 г безводної щавелевої кислоти в 50 мл води. Скільки г безводної кислоти викристалізується при зниженні температури до 0°C ? Перерахувати на кристалогідрат і вирахувати процентний вихід, якщо після кристалізації і висушування отримали 25 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” _____р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №9

Одержання комплексних сполук

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота № 9

Тема: Одержання комплексних сполук.

Мета: Вивчити методи синтезу комплексних сполук з водних та неводних розчинів.

Матеріали, обладнання: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, розчин амоніаку (конц.), розчин NH_4Cl , розчини $\text{Ba}(\text{OH})_2$ і CuSO_4 , розчин аміноацетату, лакмус, KNCS , $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, етер, етиловий спирт, ізопропіловий спирт, натрію нітрит, пентаамінхлорокобальту (III) хлорид $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$, хлоридна кислота, 25 %-ий водний розчин амоніаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$), HCl (конц.); лійка Бюхнера, скляна лійка, колба Бунзена, фільтрувальний папір, хімічні стакани, скляні палички, індикаторний папір, лід.

4. Теоретична частина

Вже у першій половині XIX ст. вчені помітили, що деякі сполуки, в яких атоми начебто вичерпали свої валентні можливості, здатні до наступного сполучення між собою. Так, у разі додавання амоніаку до купрум (II) сульфату утворюється складніша сполука $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{NH}_3$. Реакція супроводжується зміною забарвлення реакційної суміші від синього до значно інтенсивнішого синьо-фіолетового. Прикладів сполучення «простих», або «звичайних», речовин з утворенням складніших сполук було вивчено дуже багато, зокрема $\text{KCl} \cdot \text{CuCl}$, $4\text{KCN} \cdot \text{Fe}(\text{CN})_2$, $2\text{KI} \cdot \text{HgI}_2$, $3\text{NaF} \cdot \text{AlF}_3$, $2\text{KF} \cdot \text{SiF}_4$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 4\text{NH}_3$, $3\text{KOH} \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$. Оскільки такі сполуки є складними, їх назвали **комплексними**.

Альфред Вернер (Alfred Werner) (1866-1919) — швейцарський хімік, лауреат Нобелівської премії з (неорганічної) хімії (1913). В 1893 р., сформував координаційну теорію. Основні положення якої такі:

1. Атоми можуть проявляти головну та побічну валентність;
2. У КС є центральний атом, навколо якого розміщуються координовані до нього іони та молекули;
3. Комплекс характеризується координаційним числом (числом атомів або молекул навколо центрального атома);
4. Координовані атоми внутрішньої сфери КС називаються адендами (лігандами).
5. Центральний атом і внутрішня сфера складають ядро комплексу;
6. Якщо ядро КС заряджене, то у зовнішній сфері є протиіони.

Отже, головний постулат Вернера можна сформулювати так: «Навіть, якщо, зважаючи на число валентностей, зв'язуюча здатність декількох атомів вичерпана, вони в більшості випадків ще можуть приймати участь в побудові складних молекул з утворенням певних атомних зв'язків. Можливість вбачається в тому факті, що поруч із зв'язками спорідненості, які називають головною валентністю, існують ще й інші зв'язки між атомами, які називають побічними валентностями»

Інша частина теорії присвячена поясненню числа, природи і просторового розміщення побічних або неіонних валентностей. Отже, згідно з

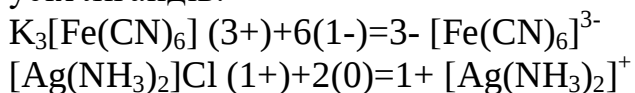
координаційною теорією, у молекулі будь-якої комплексної сполуки один з іонів, звичайно позитивно заряджений, займає центральне місце і називається комплексоутворювачем, або центральним іоном. У безпосередній близькості навколо цього іона розміщено, або як говорять, координовано деяке число протилежно заряджених іонів або електронейтральних молекул, що називаються лігандами (або адендами), які утворюють внутрішню координаційну сферу сполуки. Іонів, що не розмістилися у внутрішній сфері, містяться далі від центрального іона, утворюючи зовнішню координаційну сферу.

Комплексоутворювачем вважають центральний атом чи іон, до якого приєднуються нейтральні молекули або аніони. Оскільки комплексні сполуки утворюються за донорно-акцепторним механізмом, то комплексоутворювачі здебільшого мають бути акцепторами електронів і мати вільні електронні орбіталі. Зазвичай роль комплексоутворювачів виконують малі за розміром атоми металів (значно рідше - неметалів) або катіони металів, на поверхні яких зосереджується надлишковий позитивний заряд. Найчастіше комплексоутворювачами є катіони d-металів: Cu^{2+} , Co^{2+} , Co^{3+} , Cr^{3+} та інші.

Лігандами (приєднаними частинками) називають молекули або іони, які координуються навколо комплексоутворювача. Разом з останнім вони утворюють координаційну сферу і є донорами електронних пар. Здебільшого роль лігандів виконують нейтральні молекули, до складу яких входять найбільш електронегативні атоми Оксигену (вода, спирти, кислоти, ефіри тощо), Нітрогену (амоніак, аміни) або аніони (F^- , Cl^- , Br^- , NCS^- , CO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ тощо).

Координаційне число визначається числом місць у просторі, які може надавати комплексоутворювач для приєднання лігандів. Іншими словами, координаційне число відповідає числу хімічних зв'язків між комплексоутворювачем і лігандами. Воно залежить як від природи комплексоутворювача, так і від характеру лігандів. Так, Al^{3+} з меншим за розміром іоном F^- утворює комплекс $[\text{AlF}_6]^{3-}$, координаційне число якого дорівнює 6, а з більшим іоном Cl^- - комплекс $[\text{AlCl}_4]^-$, координаційне число якого дорівнює 4. Для більшості комплексних сполук (майже 95 %) координаційне число дорівнює 4 або 6. Часто координаційне число для іонів відповідає подвоєному ступеню окиснення комплексоутворювача:

Внутрішня координаційна сфера комплексної сполуки – це комплексоутворювач разом з лігандами, які приєдналися відповідно до координаційного числа комплексоутворювача. Внутрішню координаційну сферу записують у квадратних дужках. Вона може бути нейтральною або мати певний позитивний чи негативний заряд. Заряд внутрішньої координаційної сфери визначається сумою зарядів комплексоутворювача та усіх лігандів:



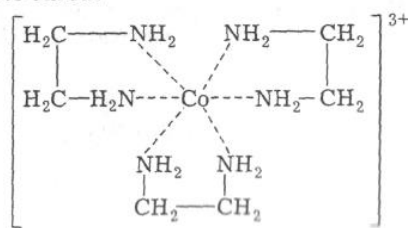
Заряд внутрішньої координаційної сфери дорівнює сумарному заряду всіх іонів зовнішньої сфери, взятий з протилежним знаком. Коли ліганди є нейтральними молекулами, заряд внутрішньої координаційної сфери

збігається із зарядом комплексоутворювача. Якщо внутрішня координаційна сфера має негативний заряд, комплекс виявляє аніонний характер, якщо позитивний — катіонний, якщо нейтральний — комплекс є неелектролітом.

Протиіони — це іони зовнішньої сфери (катіони або аніони), які компенсують заряд внутрішньої координаційної сфери, щоб речовина загалом була електронейтральною. У наведених вище прикладах протиіонами є катіони K^+ та аніони Cl^- . Протиіони не входять до складу внутрішньої координаційної сфери, їх можна легко замінити на інші подібні іони. Якщо змінити зовнішні іони, властивості речовини змінюються мало, якщо ж змінити один з компонентів у внутрішній координаційній сфері комплексу, то утвориться нова сполука із зовсім іншими властивостями.

Дентатність ліганду визначається числом атомів, які одночасно можуть утворювати зв'язки з комплексоутворювачем. Наприклад, молекула NH_3 займає лише одне координаційне місце, і тому цей ліганд є *монодентатним*. Етилендіамін $NH_2C_2H_4NH_2$ координується двома атомами Нітрогену і тому є *бі-, або дводентатним*. Диетилентриамін $NH_2C_2H_4NHC_2H_4NH_2$ може займати три координаційні місця і є *тридентатним*. Іон Co^{3+} з цими лігандами утворює комплексні сполуки такого складу: $[Co(NH_3)_6]Cl_3$; $[Co(NH_2C_2H_4NH_2)_3]Cl_3$; $[Co(NH_2C_2H_4NHC_2H_4NH_2)_2]Cl_3$, тобто число приєднаних лігандів дорівнює координаційному числу, поділеному на дентатність ліганду. Ось чому координаційне число не завжди збігається з числом приєднаних лігандів.

Такі ліганди, як етилендіамін утворюють так звані **хелатні**, або клішнєподібні, комплекси, в яких ліганди разом з комплексоутворювачем будують стійкі п'ятичленні цикли (подібно до шестичленних в органічних сполуках). Такі ліганди називають **хелатоутворюючими**:



Внутрішню координаційну сферу можуть утворювати як однакові, так і різні ліганди. Якщо до складу внутрішньої координаційної сфери входять різні ліганди, комплекси називають **різнолігандними**, наприклад $[Pt(NH_3)_2Cl]Cl$, $[Co(NH_3)_5Br]SO_4$.

Деякі ліганди можуть координуватися різними способами, такі ліганди називають **амбідентатними**. Наприклад, іон NCS^- може координуватися одним з двох кінцевих атомів —нітрогену або сульфуру.

Залежно від швидкості заміщення одних лігандів на інші комплексні сполуки поділяють на **інертні** (повільне заміщення) та **лабільні** (швидке заміщення). Багато інертних комплексних сполук утворюють іони Co^{3+} , Pt^{2+} , Pt^{4+} , Cr^{3+} та деякі інші комплексоутворювачі.

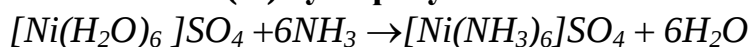
5. Порядок проведення роботи

5.1. Синтез тетраамінкупруму (II) сульфату



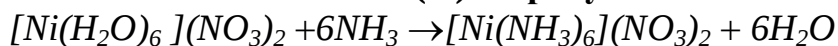
Наважку мідного купоросу $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (розрахунок див. нижче) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну від стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину амоніаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює половині об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Комплексну сполуку з лійки Бюхнера переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

5.2. Синтез гексаамінінікелю (II) сульфату



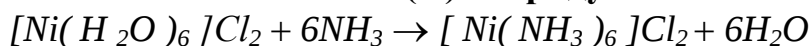
Наважку кристалогідрату $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ вміщують у хімічну склянку і додають подвійну від стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину амоніаку (густина $0,91 \text{ г / см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Комплексну сполуку з лійки Бюхнера переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

5.3. Синтез гексаамін нікелю (II) нітрату



Наважку кристалогідрату $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ вміщують у хімічну склянку і додають подвійну від стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину амоніаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму солі). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Комплексну сполуку з лійки Бюхнера переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

5.4. Синтез гексаамін нікелю(II) хлориду



Наважку кристалогідрату $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину амоніаку (густина $0,91 \text{ г / см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини

фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Синтезовану комплексну сполуку переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

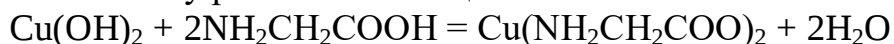
5.5. Синтез гексаамінкобальту (III) хлориду



Наважку $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ розчиняють у мінімальному об'ємі води і додають подвійну проти стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину аміаку, стехіометричну кількість хлориду амонію і розтерте активоване вугілля (≈ 2 % від загальної маси реакційної суміші). Суміш добре перемішують і при охолодженні додають по краплях стехіометричну кількість 30 %-го водного розчину пероксиду гідрогену. Реакційну суміш нагрівають протягом 5 хвилин на водяній бані. Далі розчин нейтралізують 5 %-м розчином хлоридної кислоти до нейтральної реакції, охолоджують і відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера) вугілля і кристали комплексної сполуки. Суміш на фільтрі промивають теплою водою, в якій розчинено кілька крапель хлоридної кислоти. Фільтрат нагрівають до 80°C і додають 30 %-ий розчин хлоридної кислоти, поки не з'явиться стійка каламуть. Після цього суміш поступово охолоджують, осад комплексної сполуки відокремлюють фільтруванням під вакуумом (фільтр Шотта) і промивають на фільтрі ізопропіловим спиртом. Синтезовану комплексну сполуку переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

5.6. Отримання аміноацетату купруму (гліцинату), $\text{Cu}(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2$.

Його можна отримати у вигляді голчастої або пластинчастої модифікації. Для отримання солі голчастої модифікації свіжоосаджений $\text{Cu}(\text{OH})_2$, взятий у надлишку, розчиняють у розчині амінооцтової кислоти:



Гідроксид купруму отримують змішуванням розчинів $\text{Ba}(\text{OH})_2$ і CuSO_4 у таких співвідношеннях, щоб отриманий розчин перестав давати лужну реакцію на лакмус. Водну суспензію з домішками нагрівають протягом години на водяній бані з розчином аміно ацетату, потім кип'ятять 30 хв. Осад BaSO_4 і надлишковий $\text{Cu}(\text{OH})_2$ відфільтровують, а темно-синій фільтрат упарюють до початку кристалізації комплексу. З охолодженого розчину випадають кристали у вигляді блакитних голок.

5.7. Отримання пентааміннітрокобальт (III) хлориду $[\text{CoNO}_2(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Розчиняють 10 г пентаамінхлорокобальту (III) хлориду $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$, у суміші 100 мл води і 10 мл концентрованого розчину амоніаку. Реакцію проводять, перемішуючи і нагріваючи розчин. Останній фільтрують, підкислюють розбавленою хлоридною кислотою (контроль за індикаторним папером) і додають 25 г нітриту натрію. Колбу нагрівають до переходу утвореного червоного осаду у розчин. Потім до розчину додають 120 мл концентрованої хлоридної кислоти. Утворений осад відфільтровують, промивають хлоридною кислотою, етанолом і висушують при $60\text{--}70^\circ\text{C}$. $[\text{CoNO}_2(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ має вигляд кристалічного порошку буро-жовтого кольору.

5.8. Отримання пентаамінінітрикокобальт (III) хлорид, $[\text{CoONO}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Розчиняють 10 г пентаамінхлорокобальту(III) хлориду, перемішуючи і нагріваючи на водяній бані, в суміші 150 мл води і 10 мл концентрованого розчину амоніаку. Розчин фільтрують і фільтрат нейтралізують хлоридною кислотою (використовують індикаторний папір). До розчину додають 25 г нітриту натрію, а потім 20 мл хлоридної кислоти (1 : 1). Реакційну суміш залишають на декілька годин, фільтрують, промивають холодною водою та етанолом.

$[\text{CoONO}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ має вигляд кристалічного порошку червоно-коричневого кольору, при зберіганні декілька тижнів переходить у $[\text{CoNO}_2(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$.

За результатами кожного досліду розраховують теоретичний та практичний вихід отриманих комплексів.

6. Контрольні запитання

1. Які сполуки називають координаційними, або комплексними?
2. Який атом називають центральним? Які йони, молекули виявляють властивості лігандів? Відповідь обґрунтуйте.
3. Що називають координаційним числом центрального атома і від яких факторів залежить його значення?
4. Який тип хімічного зв'язку спостерігається в комплексних сполуках?
5. Чи може виявляти даний йон-комплексоутворювач різні координаційні числа? Чому? Відповідь проілюструйте прикладами.
6. Що називають дентатністю лігаду? Наведіть приклади моно- і бідентатних лігандів.
7. Які сполуки називають внутрішньоконкомплексними?
8. Які координаційні сполуки називають поліядерними? Які атоми й групи атомів найчастіше зустрічаються як містки при утворенні цих сполук?
9. Які комплекси називають хелатними? Наведіть приклади хелатоутворюючих лігандів.
10. Назвіть типи ізомерії характерні для комплексних сполук. Наведіть приклади кожного типу ізомерії.
11. Для кобальту (III) характерне координаційне число 6. Напишіть координаційні формули таких комплексних сполук:
 - 1) $\text{Co}(\text{NO}_2)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 - 2) $\text{Co}(\text{NO}_2)_3 \cdot \text{KNO}_2 \cdot 2\text{NH}_3$
 - 3) $\text{Co}(\text{NO}_2)_3 \cdot 3\text{NH}_3$
 - 4) $\text{Co}(\text{NO}_2)_3 \cdot 3\text{KNO}_2$

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні кафедри хімії
(протокол № ____ від “ ____ ” ____ р.)

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи
з курсу
“Лабораторний практикум з неорганічного синтезу”

Лабораторна робота №10

Регенерація відпрацьованих залишків

Івано-Франківськ,
2020

Лабораторна робота №10

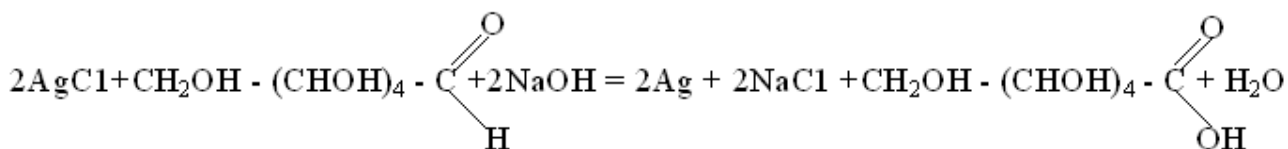
- 1. Тема:** Регенерація відпрацьованих залишків.
- 2. Мета:** Освоїти методику регенерації срібних залишків.
- 3. Обладнання і реактиви:** фарфорові чашки, хімічні стакани, сухі або вологі срібні залишки, глюкоза, 2н розчин NaOH, лакмус, установка для вакуум фільтрування.

4. Теоретична частина

Регенерація відпрацьованих залишків має велике значення для одержання цінних речовин, для економіки України, для оточуючого середовища. В промислових умовах - це ведення хімічних виробничих процесів без відходів. При регенерації речовин з відпрацьованих залишків використовують такі хімічні реакції, як реакція відновлення більш активними металами, глюкозою, формальдегідом; реакція окислення пероксидом гідрогену, іншими окисниками. Переробка залишків на інші солі: CaCl_2 ; ZnSO_4 , переробка срібних залишків на срібло і AgNO_3 ; йоду із йодних залишків тощо.

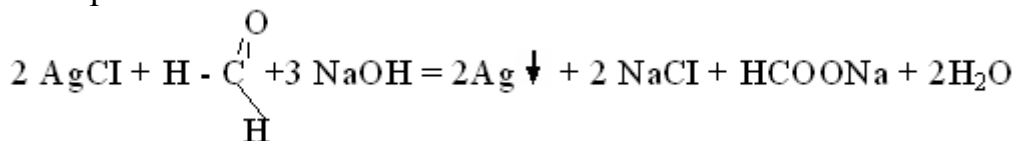
5. Порядок проведення роботи

Даний спосіб ґрунтується на відновленні йона аргентуму Ag^+ глюкозою або формаліном в лужному середовищі. В фарфоровій чашці змішати залишки солей срібла з водою, додати 2 н розчин NaOH до лужної реакції і нагріти до кипіння. В суміш поступово, невеликими порціями додати глюкозу (надлишку глюкози потрібно уникнути). При цьому відбувається реакція:



Масу глюкози для реакції розраховують за AgCl . Металічне срібло осаджується у вигляді зернистої маси сірого кольору. Срібло промити декантацією гарячою водою до нейтральної реакції по лакмусу та до відсутності хлорид-йонів (проба $\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$). Осад профільтрувати на лійці Б'юхнера, і висушити при температурі 50°C .

Якщо замість глюкози використовується формалін, тоді срібні залишки змішують з 2н розчином NaOH і додають формалін. Суміш нагріти на водяній бані. Виділяється срібло у вигляді темно-сірого пористого порошку. Його відмивають декантацією від NaOH і Cl^- та висушують. Рівняння реакції відновлення срібла:



Скласти звіт проведеної роботи, в якому відобразити значення регенерації відпрацьованих залишків, реакції що проводились, відповідні розрахунки.

Контрольні запитання

1. Які хімічні реакції можуть використовуватись при регенерації?
2. Написати рівняння реакцій відновлення срібла з солі глюкозою, формальдегідом.
3. Написати рівняння реакції розчинення срібла розведеною ($\rho = 1,2 \text{ г/см}^3$) нітратною кислотою.
4. Написати рівняння реакції окислення калій йодиду хромовою сумішшю до вільного йоду.
5. Скільки мл 2,5 н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ необхідно, щоб в присутності сульфатної кислоти виділити йод із 250 мл ($\rho = 1,0 \text{ г/см}^3$) йодних залишків, що містять 5 % калію йодиду (за масою).
6. Визначте кількість амоній хлориду і води, необхідні для приготування 200 г 5 %-го розчину.
7. В результаті реакції карбонату кальцію з 50 мл 25 % розчину оцтової кислоти густиною $1,03 \text{ г/см}^3$ отримано 15 г $\text{Ca}(\text{CH}_3(\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$. Розрахувати вихід.
8. Приготували насичений при 60°C розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 150 мл води. Скільки г солі викристалізується при зниженні температури до 20°C ? Визначити процентний вихід дихромату калію, якщо після кристалізації і висушування отримали 42 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.