

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Факультет естественных наук

Кафедра общей химии

ПРАКТИКУМ ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ЧАСТЬ I ВВЕДЕНИЕ В НЕОРГАНИЧЕСКУЮ ХИМИЮ

Учебно-методическое пособие для студентов 1-го курса
химического отделения ФЕН

Новосибирск
2016

УДК 546(075.8)

ББК 24.1я73-1

П 691

Составители:

канд. хим. наук, доц. М. А. Ильин,
канд. хим. наук, доц. М. Ф. Могилевкина,
канд. хим. наук, доц. В. А. Максаков,
канд. хим. наук, доц. И. В. Ельцов,
д-р хим. наук, проф. Л. Ф. Крылова

П 691 Практикум по неорганической химии : в 3 ч. : учеб.-метод. пособие / М. А. Ильин, М. Ф. Могилевкина, В. А. Максаков и др.; Новосиб. гос. ун-т. – Новосибирск: ИПЦ НГУ, 2016. – Ч. 1. Введение в неорганическую химию. – 148 с.

ISBN 978-5-4437-0553-8 (Ч. 1)

ISBN 978-5-4437-0554-5

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов первого курса ФЕН НГУ специальности «Химия». Оно соответствует учебной программе первого семестра курса «Неорганическая химия». В пособии содержатся общие правила работы и основы техники эксперимента в химической лаборатории, рассматриваются свойства водных растворов неорганических соединений, приведены методики синтеза, очистки и идентификации ряда неорганических соединений. Для выполнения работ предусмотрено использование современного оборудования и современных методов обработки результатов.

ISBN 978-5-4437-0553-8 (Ч. 1)

ISBN 978-5-4437-0554-5

© М. А. Ильин, М. Ф. Могилевкина,
В. А. Максаков, И. В. Ельцов,
Л. Ф. Крылова, 2016
© Новосибирский государственный
университет, 2016

Оглавление

Предисловие	7
Глава 1. Знакомство с химической лабораторией	9
1.1. Подготовка к проведению эксперимента.....	9
1.2. Рабочее место студента	9
1.3. Техника безопасности при работе в лаборатории.....	10
1.4. Оказание первой медицинской помощи в лаборатории.....	12
1.5. Оформление лабораторного журнала.....	14
1.6. Химическая посуда	15
1.6.1. Стеклянная химическая посуда	15
1.6.2. Мерная посуда	19
1.6.3. Фарфоровая (керамическая) посуда	20
1.7. Правила сборки установок	21
1.8. Химические реактивы.....	22
1.9. Взвешивание	23
1.10. Нагревание и охлаждение.....	24
1.10.1. Нагревание	24
1.10.2. Охлаждение.....	26
1.11. Упаривание растворов	27
1.12. Перемешивание	28
1.13. Работа с газами	29
1.13.1. Газовые баллоны и работа с ними	29
1.13.2. Аппарат Киппа.....	30
1.14. Выделение и высушивание осадков	31
1.14.1. Декантация	31
1.14.2. Фильтрование	31
1.14.3. Высушивание осадков.....	35
1.15. Лабораторная работа «Фильтрование»	36
Глава 2. Методы идентификации неорганических соединений	38
2.1. Исследование химических свойств	38
2.2. Определение температуры плавления.....	38
2.3. Изучение электропроводности растворов	39
2.4. Микроскопические исследования.....	41
2.5. Спектральные методы исследования	42
2.5.1. Электронная (УФ-видимая) спектроскопия	43

2.5.2. ИК-спектроскопия.....	45
2.5.3. Спектроскопия ЯМР	49

Глава 3. Приготовление растворов

и определение их концентраций методом титрования	52
3.1. Приготовление растворов заданной концентрации	52
3.1.1. Приготовление раствора HCl из фиксанала.....	52
3.1.2. Приготовление раствора NaOH из твердого вещества	53
3.1.3. Приготовление раствора H ₂ SO ₄ разбавлением более концентрированного раствора	53
3.2. Определение концентрации растворов методом титрования	53
3.2.1. Определение концентрации раствора NaOH	54
3.2.2. Определение концентрации раствора H ₂ SO ₄	55

Глава 4. Методы очистки веществ

4.1. Очистка твердых веществ.....	56
Очистка растворимых солей методом перекристаллизации	56
4.1.1. Хлорид калия	56
4.1.2. Дихромат калия	57
4.1.3. Пентагидрат сульфата меди(II)	58
4.1.4. Гептагидрат сульфата железа(II)	59
4.1.5. Пентагидрат тиосульфата натрия	59
4.1.6. Декагидрат карбоната натрия.....	60
4.1.7. Додекагидрат сульфата калия-алюминия (алюмокалиевые квасцы)	61
Очистка веществ методом сублимации	62
4.1.8. Очистка иода.....	62
4.2. Очистка жидких веществ.....	63
4.2.1. Очистка воды	63
4.2.2. Очистка соляной кислоты.....	65
4.3. Получение и очистка газов.....	66
4.3.1. Получение и очистка хлора	66
4.3.2. Получение и очистка диоксида углерода.....	68
4.4. Разделение и очистка неорганических веществ методом ионообменной хроматографии.....	69
4.4.1. Разделение солей железа(III) и меди(II)	70
4.4.2. Разделение солей цинка и железа(III).....	71

Глава 5. Простейшие синтезы неорганических соединений и исследование их свойств.....	73
5.1. Кристаллогидрат хлорида кальция.....	73
5.2. Гексагидрат нитрата магния.....	74
5.3. Гексагидрат нитрата никеля(II)	76
5.4. Тетрагидрат нитрата кальция.....	77
5.5. Карбонат лития.....	79
5.6. Гептагидрат сульфата цинка	81
5.7. Гексагидрат сульфата аммония-железа(II) (соль Мора).....	82
5.8. Додекагидрат гидроортофосфата натрия.....	84
5.9. Гидрокарбонат меди(II)	86
5.10. Моногидрат ацетата меди(II)	87
Глава 6. Тепловой эффект реакции нейтрализации	89
Глава 7. Ионные равновесия в растворах.....	91
7.1. Электропроводность растворов электролитов	91
7.2. Кислотно-основные равновесия	92
7.2.1. Сильные электролиты	92
7.2.2. Слабые электролиты	94
7.2.3. Гидролиз солей.....	94
7.2.4. Приготовление и изучение свойств ацетатного буферного раствора.....	96
7.3. Гетерогенные равновесия.....	97
Глава 8. Окислительно-восстановительные равновесия.....	98
8.1. Зависимость электродного потенциала медного электрода от концентрации Cu(II)	98
8.2. Зависимость электродного потенциала Fe(III)/Fe(II) от концентрации окисленной и восстановленной форм.....	99
Глава 9. Комплексные (координационные) соединения	102
9.1. Реакции образования и устойчивость комплексных соединений	102
9.2. Синтезы комплексных соединений	105
9.2.1. Моногидрат сульфата тетраамминмеди(II).....	105
9.2.2. Хлорид гексаамминникеля(II).....	107
9.2.3. Хлорид гексаамминкобальта(III)	108
9.2.4. Хлорид трис(этилендиамин)кобальта(III).....	110
9.2.5. Моногидрат гексанитрокобальтата(III) натрия	112

9.2.6. Тригидрат трис(оксалато)алюмината(III) калия.....	113
9.2.7. Дигидрат бис(оксалато)купрата(II) калия.....	115
9.2.8. Моногидрат бис(глицинато)меди(II).....	116
9.2.9. Нитрат тетракис(тиокарбамид)кобальта(II).....	118
9.2.10. Моногидрат нитрата гексакис(тиокарбамид)никеля(II)	119
Приложения	121
Приложение 1. Порядок работы на приборах	121
Приложение 2. Справочные данные.....	133
Приложение 3. Обработка данных в программе «Origin 6.0».....	140
Список литературы	147

Предисловие

*«Один опыт я ставлю выше, чем тысячу мнений,
рожденных только воображением...»*

М. В. Ломоносов

Химия, как и любая естественнонаучная дисциплина, является экспериментальной наукой. Приобретение навыков работы в химической лаборатории является неотъемлемой и основополагающей частью курса неорганической химии.

Настоящее пособие подготовлено кафедрой общей химии Новосибирского национального исследовательского государственного университета. Оно предназначено для студентов первого курса химического отделения факультета естественных наук и необходимо для выполнения работ практикума по неорганической химии в первом семестре. Практикум составлен в соответствии с учебной программой и проводится параллельно с лекционными и семинарскими занятиями по курсам «Неорганическая химия» и «Физическая химия».

Пособие состоит из девяти глав, трех приложений и списка литературы. В первой главе изложены основные правила безопасной работы в химической лаборатории, приведено описание наиболее часто используемой химической посуды и оборудования, даны общие рекомендации по сборке установок, описаны основные приемы, используемые при работе с веществами (взвешивание, перемешивание реакционных смесей, приемы нагревания и охлаждения, работа с газами, методы выделения и высушивания осадков).

Вторая глава знакомит студентов с методами идентификации неорганических соединений, применяемыми при выполнении практикума. Здесь даны общие рекомендации по выполнению исследований свойств получаемых соединений с помощью качественных химических реакций, описаны приемы определения физико-химических характеристик с применением специализированного оборудования (определение температуры плавления, изучение электропроводности и микроскопические исследования), а также рассмотрены принципы идентификации неорганических соединений с помощью современных спектральных методов (электронная, ИК- и ЯМР-спектроскопия).

Третья глава посвящена различным способам приготовления растворов веществ заданной концентрации, а также определению точной концентрации растворов кислоты и щелочи методом титрования.

В четвертой главе рассматриваются методы очистки твердых и жидких веществ (перекристаллизация, возгонка (сублимация) и перегонка при атмосферном давлении), получение и очистка газов, а также разделение и очистка веществ методом ионообменной хроматографии.

В работах, приведенных в пятой главе, студентам предлагается выполнить несложный синтез одного из перечисленных неорганических соединений (солей различных классов) и исследовать некоторые свойства полученного вещества. Выполнение такой работы на начальных этапах практикума чрезвычайно важно, поскольку для большинства студентов это первый в жизни синтез.

В последующих трех главах (шестая, седьмая и восьмая) приведены работы, связанные с физико-химическим описанием реакций и равновесий (определение теплового эффекта реакции нейтрализации, изучение ионных и окислительно-восстановительных равновесий). Выполнение этих работ должно способствовать более глубокому усвоению материала соответствующих разделов курса «Физическая химия», без которых невозможно понимание закономерностей в неорганической химии.

Девятая глава посвящена химии комплексных соединений. Сначала студенты проводят опыты по качественному исследованию процессов комплексообразования и устойчивости внутренней сферы комплексов, затем выполняют синтез одного из перечисленных комплексных соединений, изучают свойства полученного вещества и характеризуют его чистоту спектральными методами.

В приложениях приводится порядок работы на некоторых приборах, используемых в практикуме (приложение 1), представлены важнейшие справочные данные, необходимые для выполнения лабораторных работ (приложение 2), а также даны рекомендации по обработке экспериментальных данных в программном пакете «Origin» (приложение 3).

В конце пособия приводится список литературы, рекомендованной в качестве дополнительной к практикуму по неорганической химии.

Авторы благодарят всех преподавателей и сотрудников кафедры общей химии ФЕН НГУ за ценные советы и замечания, высказанные при подготовке данного пособия.

Глава 1. Знакомство с химической лабораторией

1.1. Подготовка к проведению эксперимента

Работа в химической лаборатории связана с повышенной опасностью и требует основательной предварительной подготовки. Для успешного и безопасного выполнения лабораторных работ по неорганической химии студент должен *заранее* детально изучить описания опытов и синтезов по руководству к практическим занятиям, ознакомиться по учебникам и справочным пособиям со свойствами всех веществ, используемых в работе. При подготовке к выполнению практикума студент приводит в лабораторном журнале все необходимые расчеты, уравнения реакций и краткий план работы. Выполнение лабораторной работы можно начинать только с разрешения преподавателя.

1.2. Рабочее место студента

Занятия практикума проводятся в химической лаборатории, оборудованной вытяжными шкафами и лабораторными столами. Бóльшая часть лабораторных работ, за редким исключением, выполняется студентом самостоятельно. Каждому студенту в лаборатории отводится постоянное рабочее место и место для хранения индивидуального набора посуды, которые он обязан содержать в чистоте и порядке. Во время работы нельзя загромождать стол ненужными в данный момент вещами (посудой, реактивами и книгами).

Если при выполнении лабораторной работы студенту необходимо собрать установку из деталей, отсутствующих в индивидуальном наборе посуды, то недостающие детали выдает лаборант. Перед началом сборки установки необходимо согласовать с преподавателем ее схему и место ее расположения (на лабораторном столе или в вытяжном шкафу), чтобы исключить, например, возможность получения в одном вытяжном шкафу веществ, условия синтеза которых запрещены правилами техники безопасности.

Необходимая для повседневной работы посуда и оборудование (штативы, лапки и муфты для их крепления, пробиркодержатели, шпатели, фильтровальная бумага и т. д.) находятся в лаборатории в специально отведенных местах.

По окончании лабораторной работы рабочее место необходимо привести в порядок: разобрать установку на исходные детали с применением мер безопасности, тщательно вымыть всю используемую посуду, убрать на место

приборы и оборудование и т. д. Перед уходом из лаборатории необходимо сдать свое рабочее место дежурному, который в случае необходимости приводит в порядок все рабочие места (лабораторные столы, раковины и вытяжные шкафы). В конце занятия дежурный сдает комнату лаборанту.

1.3. Техника безопасности при работе в лаборатории

Обычно характер мер предосторожности, обеспечивающих безопасность выполнения эксперимента, зависит от вида работы. Однако существуют правила, выполнение которых обязательно для каждого работающего в лаборатории. Эти правила необходимо выполнять не только в целях личной безопасности работающего, но и для обеспечения безопасности товарищей по работе.

Общие правила организации эксперимента и средства защиты

- Студент в лаборатории должен находиться только в халате (желательно хлопчатобумажном). Запрещено приходить в лабораторию в верхней одежде (куртках, пальто и т. д.), ее необходимо сдать в гардероб.
- Нельзя загромождать сумками лабораторные столы и проходы между ними. Сумки необходимо оставлять в специально отведенном месте.
- Категорически запрещается прием пищи и напитков в лаборатории.
- Запрещается самостоятельно проводить любые опыты, не предусмотренные работой. Нельзя выносить из лаборатории и вносить в нее любые вещества без разрешения преподавателя.
- При проведении синтеза нельзя оставлять установку без присмотра.
- При получении травм, а также при плохом самочувствии необходимо незамедлительно сообщить об этом преподавателю или лаборанту.
- После окончания работы в лаборатории необходимо вымыть руки с мылом.

Общие правила работы с химическими веществами

- Во избежание ошибок следует внимательно читать надписи на этикетках используемых реактивов.
- Категорически запрещается пробовать какие-либо вещества на вкус. При необходимости идентифицировать вещество по запаху следует легким движением руки направить поток воздуха от отверстия сосуда к себе и осторожно понюхать, не вдыхая полной грудью.
- Запрещено высыпать или выливать неизрасходованные реактивы обратно в банку, из которой вещество было взято.
- Опасные вещества (концентрированные кислоты, соединения хрома, ртути и т. д.), а также продукты реакций с участием этих веществ необходимо сливать в соответствующие банки в вытяжном шкафу.

- Все работы с ядовитыми, едкими и пахучими веществами, а также упаривание кислот и кислых растворов производить только в вытяжном шкафу.
- При работе с едкими веществами (растворами и твердыми щелочами, концентрированными растворами кислот, оксидом фосфора(V), хромовой смесью и т. д.) необходимо использовать защитные очки и перчатки.
- Твердые реактивы необходимо брать шпателем, ложкой или пинцетом.
- При отборе жидкостей пипетками необходимо пользоваться специальными дозаторами или резиновыми грушами.
- При приготовлении разбавленных растворов следует приливать концентрированные растворы (особенно концентрированную серную кислоту) в воду, а не наоборот. Такое разбавление нельзя производить в толстостенном стеклянном сосуде (в том числе и в мерном цилиндре), а только в посуде из тонкостенного термостойкого стекла или в фарфоровой посуде.
- При нагревании вещества в пробирке ее следует закреплять в пробиркодержателе и держать наклонно отверстием в сторону от себя и от работающих рядом людей. При нагревании жидкостей в пробирке во избежание бурного вскипания рекомендуется пробирку осторожно нагревать на спиртовке сверху вниз.

Работа с легковоспламеняющимися жидкостями и горючими веществами

- Легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ) хранятся в специальных железных сейфах. Их пары даже при комнатной температуре способны образовывать с воздухом пожаро- и взрывоопасные смеси с температурой вспышки ниже 50 °С (диэтиловый эфир, этанол, ацетон, гептан и др.).
- Работу с ЛВЖ и горючими газами (например, с водородом) необходимо проводить в вытяжных шкафах вдали от открытого огня и приборов с открытым нагревательным элементом.
- При проведении процессов, связанных с нагреванием ЛВЖ (перегонка, перекристаллизация, реакции в кипящих органических растворителях) необходимо использовать стеклянные приборы с эффективными водяными обратными холодильниками, позволяющими конденсировать пары органического растворителя и тем самым предотвращать возможность возгорания его паров на воздухе.
- При воспламенении эфира, спирта или других растворителей необходимо воспрепятствовать доступу воздуха в сосуд (прикрыть сосуд несгораемой тканью), а затем предупредить всех работающих в лаборатории об опасности и отключить подачу электроэнергии на щитке, расположенном в коридоре (для предотвращения возникновения искрового разряда).

Работа с ртутью и ее соединениями

- Все опыты с ртутьсодержащими препаратами необходимо проводить в перчатках в специально отведенном месте вытяжного шкафа на специальном поддоне.
- Остатки исходных реактивов, продуктов реакции и растворы после проведения демеркуризации посуды и поддона необходимо собирать в специально отведенные емкости.
- После окончания работы нужно вымыть руки с мылом – сначала в перчатках, а затем без перчаток.

Работа с вакуумными системами

- Любые работы с использованием вакуума следует обязательно проводить в защитных очках или маске из оргстекла.
- При работе с вакуумом необходимо использовать только круглодонные колбы или специальную посуду из толстостенного стекла.
- Вакуум-эксикатор и колба Бунзена как части вакуумной установки, представляющие наибольшую опасность при взрыве, перед работой следует поместить в специальные сетчатые или матерчатые чехлы.

1.4. Оказание первой медицинской помощи в лаборатории

Термический ожог

При слабом термическом ожоге кожи (I степень – жжение и покраснение) на небольшой площади нужно быстро охладить обожженный участок руки, например, под струей холодной воды, а затем промокнуть сухой тканью (или фильтровальной бумагой) и смазать участок мазью от ожога.

При большой площади ожога или при бóльшей степени тяжести полученной травмы (появление волдырей) необходимо обнажить поверхность обожженного участка кожи и закрыть его стерильной повязкой, не очищая его от остатков одежды и не повреждая пузырей. В этом случае следует немедленно вызвать врача.

Для снятия боли, которая при ожогах является одним из факторов, ухудшающих состояние пострадавшего, можно использовать сухой холод (лед, снег, холодная вода в резиновом пузыре или в полиэтиленовом мешочке, наложенные поверх повязки). Охлаждение уменьшает отек и воспалительные процессы в обожженных тканях.

Химический ожог

При химическом ожоге кожи необходимо промыть обожженный участок струей холодной воды. При попадании на кожу *щелочей* промывать

струей воды нужно до тех пор, пока кожа перестанет быть «мылкой» на ощупь, а затем обработать 3 %-ым раствором борной или уксусной кислот.

При ожогах кожи *кислотами* после промывания водой рекомендуется обработать пораженный участок 3 %-ым раствором гидрокарбоната натрия (питьевой соды). В случае попадания на кожу концентрированной серной кислоты или оксида фосфора(V) нужно сначала быстро удалить их с помощью хлопчатобумажной ткани, а затем провести стандартную обработку, рекомендуемую при ожогах кислотами.

При ожогах горящим *фосфором* место ожога обрабатывают 2–5 %-ым раствором сульфата меди (медного купороса), удаляют пинцетом остатки фосфора и снова накладывают на обожженное место примочку раствора сульфата меди. После этого накладывают марлевую повязку.

При попадании на кожу жидкого *брома* необходимо быстро промокнуть капли брома сухой тканью, а затем обработать 3 %-ым раствором тиосульфата натрия или питьевой соды.

При попадании химических реактивов *в глаз* необходимо многократно промыть его струей воды комнатной температуры. После этого следует прикрыть глаз стерильным бинтом и обратиться к врачу. *Нельзя применять для глаз какие-либо нейтрализующие жидкости!*

При попадании кислот или щелочей *внутрь организма* необходимо выпить большое количество воды. Затем при попадании кислоты выпить раствор питьевой соды, при попадании щелочи – раствор уксусной кислоты.

Отравление газами или ядовитыми парами

При отравлении газами или ядовитыми парами через дыхательные пути пострадавшего следует, прежде всего, вывести на свежий воздух (в холодное время года – в теплое проветренное помещение) и немедленно вызвать врача.

Необходимо обеспечить пострадавшему полный покой (удобно усадить или уложить), предохранять от переохлаждения. Не оставлять пострадавшего без присмотра до прихода врача.

При попадании внутрь галогеноводородов, оксида серы(IV) или оксидов азота улучшить состояние пострадавшего может прием горячего чая. В случае поражения раздражающими газами или парами противопоказано глубокое дыхание, т. е. искусственное дыхание возможно только при необходимости и без сдавливания грудной клетки.

Порезы

При небольших порезах руки стеклом нужно промыть рану струей воды, предварительно удалив осколки стекла (увериться, что стекло пол-

ностью извлечено из ранки, можно легким прикосновением пальцем рядом с местом пореза – по отсутствию «колющей» боли). Затем нужно обработать края ранки антисептиком (3 %-ым раствором пероксида водорода, стандартным раствором бриллиантового зеленого или настойкой йода), закрыть стерильным пластырем или бинтом.

При больших повреждениях или тяжелых ранениях необходимо остановить кровотечение наложением кровоостанавливающего жгута на артерию (выше области повреждения, что будет видно по остановке кровотечения). *Обязательно поместить под жгут записку с указанием времени наложения жгута!* В зимнее время года можно не снимать жгут в течение 1 ч, а в теплое время года – не более 1,5–2 ч, иначе может наступить необратимое омертвление обескровленной конечности. Тотчас вызвать врача.

Поражение электрическим током

При воздействии электрического тока может возникнуть термическое и механическое поражение тканей. Прежде всего, необходимо прекратить воздействие тока – выключить рубильник, повернуть выключатель. При освобождении пострадавшего от напряжения ни в коем случае нельзя прикасаться к нему голыми руками. Необходимо надеть резиновые перчатки или обмотать руку сухой тканью, встать на резиновый коврик.

1.5. Оформление лабораторного журнала

При работе в лаборатории необходимо вести журнал, в котором полностью отражается подготовительная и экспериментальная работа студента.

При оформлении работы необходимо занести в журнал *тему лабораторной работы и дату ее выполнения*. Обычно оформление лабораторной работы состоит из двух основных частей: план работы и отчет о выполненной работе. Первая часть оформляется дома при подготовке к лабораторной работе и, как правило, должна содержать:

- план работы – перечень последовательных операций с указанием условий проведения опытов и количеств реагирующих веществ;
- уравнения всех химических реакций с указанием условий их проведения;
- если речь идет о выполнении синтеза – расчеты исходных количеств веществ и теоретического выхода, а также физико-химические свойства исходных и синтезируемых веществ (агрегатное состояние, цвет, плотность, растворимость, температура плавления и/или кипения и др.).

В первой части может быть также приведена общая схема установки. Этот раздел необходимо показать преподавателю *до начала эксперимента*.

Не следует переписывать методику синтеза и вопросы, которые приведены в пособии.

Во второй части лабораторной работы приводится отчет о проведенной работе. В нем должны содержаться следующие сведения:

- результаты взвешивания или измерения объема реагентов;
- краткое описание последовательных операций и наблюдаемых явлений (изменение цвета, выделение газа или осадка), реальные режимы синтеза (температура, скорость прибавления реагентов или пропускания газа и т. д.);
- в случае проведения синтеза – условия выделения продукта в чистом виде, количество полученного соединения и его выход (в граммах и процентах от теоретического выхода);
- результаты изучения некоторых свойств полученного продукта (уравнения реакций, наблюдаемые эффекты, в отдельных случаях – информация о форме кристаллов, чистоте полученного вещества по результатам определения его температуры плавления или кипения, а также по данным спектроскопии);
- краткие ответы на вопросы, задания и выводы по проделанной работе (в случае работы по синтезу веществ желательно указать возможные причины неудачного проведения отдельных операций или условия, которые привели бы к повышению выхода и чистоты продукта).

Следует отметить, что приведенное в рабочем журнале описание проделанной работы, несмотря на его краткость, должно позволить любому химику понять смысл всех операций и успешно ее воспроизвести.

1.6. Химическая посуда

При выполнении практикума чаще всего используется стеклянная и фарфоровая (керамическая) химическая посуда разного назначения.

1.6.1. Стеклянная химическая посуда

Химическая посуда тонко- и толстостенная изготавливается из специального стекла разных марок. Нагревать можно только термостойкую тонкостенную посуду. В этом случае на изделия ставят специальное матовое клеймо (например: ●, ■ или ◆). На рис. 1 представлена посуда, наиболее часто используемая для проведения экспериментов по неорганической химии; большая часть этой посуды изготовлена из тонкого стекла.

Пробирки химические 1 обычно используют для проведения в них качественных реакций.

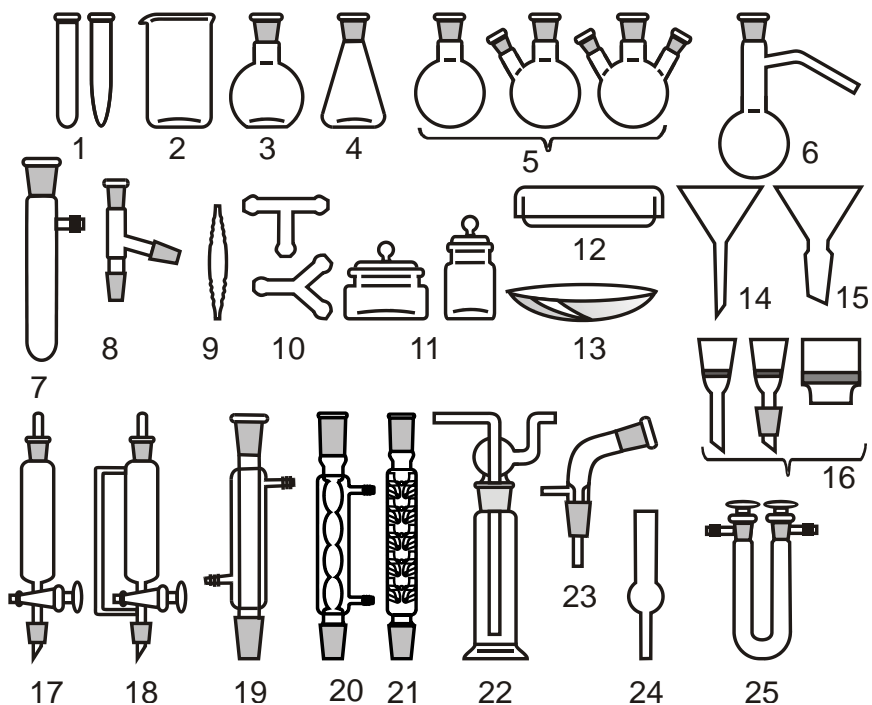


Рис. 1. Стекло́нная химическая посуда

- 1 – пробирки; 2 – стакан; 3 – плоскодонная колба; 4 – коническая колба;
 5 – круглодонные колбы; 6 – колба Вюрца; 7 – пробирка Вюрца; 8 – насадка Вюрца;
 9 – переходник; 10 – тройники; 11 – бюксы; 12 – чашка Петри;
 13 – часовое стекло; 14 – воронка; 15 – воронка для сыпучих веществ;
 16 – воронки со стеклянным фильтрующим дном; 17 – капельная воронка;
 18 – капельная воронка с противодавлением; 19 – прямой холодильник;
 20 – обратный холодильник; 21 – дефлегматор; 22 – склянка Дрекслея;
 23 – аллонж; 24 – хлоркальциевая трубка; 25 – U-образная трубка

Стакан химический 2 используют для проведения химических реакций, для приготовления растворов и т. д.

Плоскодонная колба 3 применяется для приготовления растворов ориентировочной концентрации и их последующего хранения.

Коническая колба (колба Эрленмейера, 4) используется в качестве составной части прибора для проведения различных синтезов, перегонке при атмосферном давлении, а также при титровании растворов.

Круглодонные колбы 5 также используются в качестве составных частей приборов для проведения различных синтезов и перегонке при пониженном давлении. Эти колбы могут изготавливаться одно-, дву-, трехгорлыми.

Колба Вюрца 6 чаще всего используется в качестве реакционной колбы с одновременным отводом газообразных продуктов реакции.

Пробирка Вюрца 7 обычно используется для фильтрования небольших объемов реакционных смесей при пониженном давлении.

Насадка Вюрца 8 применяется в установках по перегонке в качестве соединительного элемента между перегонной колбой и прямым холодильником.

Переходники 9 и *тройники 10* служат для соединения шлангов.

Бюксы 11 применяются для взвешивания и хранения небольших количеств веществ (в особенности, если вещества неустойчивы на воздухе).

Чашка Петри 12 может быть использована для высушивания на воздухе или в эксикаторе веществ и бумажных фильтров с осадками, а также для хранения устойчивых на воздухе синтезированных соединений.

Часовые стекла 13 универсальны. Ими накрывают химические стаканы при проведении синтезов, на них помещают полученное при синтезе вещество для высушивания на воздухе, используют в качестве тары при взвешивании небольших количеств неагрессивных веществ.

Воронка химическая 14 предназначена для переливания жидкостей. Разновидность таких *воронок с широким горлом 15* применяют для загрузки сыпучих веществ.

Воронки со стеклянным фильтрующим дном (фильтры Шотта, 16) предназначены для отделения осадков фильтрованием при пониженном давлении. Для краткости их еще называют «стеклянным пористым фильтром» или просто «стеклофильтром».

Капельная воронка 17 служит для дозируемой по каплям подачи жидких реагентов в реакционную смесь.

Капельная воронка с противодавлением 18 используется для дозированной подачи жидкости в реакционную смесь в случаях выделения газов или работе в инертной атмосфере. Выравнивание давлений в приборе с такой воронкой осуществляется с помощью боковой стеклянной трубки, соединяющей колбу с воронкой. Такую воронку сверху необходимо закрывать пробкой.

Прямой холодильник (холодильник Либиха, 19) с трубкой внутри охлаждаемой водой «рубашки» применяется для конденсации паров жидкости при перегонке.

Обратный холодильник 20 с «шариками» внутри охлаждаемой водой «рубашки» применяется для длительного кипячения жидкостей при проведении синтезов: пары жидкости конденсируются в таком холодильнике и стекают обратно в реакционную колбу. Бывают обратные холодильники другой

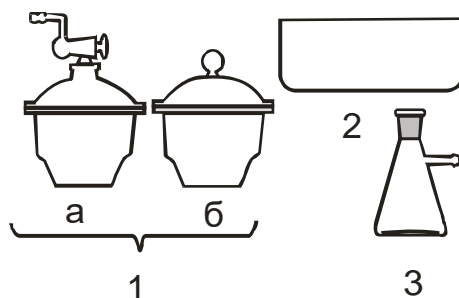


Рис. 2. Толстостенные стеклянные изделия
 1 – эксикаторы: а – вакуумный, б – обычный;
 2 – кристаллизатор; 3 – колба Бунзена

конструкции, в которых, например, внутри «рубашки» вместо «шариков» расположены спиралевидные трубки.

Дефлегматор 21 используется в качестве насадки при фракционной перегонке смеси жидкостей.

Склянка Дрекселя 22 чаще всего используется для осушки и очистки от примесей газообразных веществ с помощью жидких реагентов. Эта склянка может быть использована в качестве счетчика пузырьков, а также в качестве предохранительной склянки, предотвращающей возможность обратного «переброса» жидкости в реакционный сосуд.

Аллонж 23 применяется для соединения прямого холодильника с колбой-приемником при перегонке жидкостей.

Хлоркальциевая трубка 24 служит для изоляции реакционной смеси от воздействия атмосферы воздуха и заполняется твердым поглотителем.

U-образная трубка 25 используется для осушки газов с помощью твердого реагента, а также для конденсации легко сжижаемых газов при охлаждении и атмосферном давлении.

В лабораторной практике также используется толстостенная стеклянная посуда (рис. 2), которая не предназначена для нагревания.

Эксикаторы 1 предназначены для высушивания твердых веществ с помощью различных осушающих реагентов при комнатной температуре в вакууме (а) или при атмосферном давлении (б).

Кристаллизатор 2 применяют для охлаждения растворов и при сборе газов под водой.

Колба Бунзена 3 служит в качестве приемной колбы для фильтрата при фильтровании реакционных смесей под пониженным давлением.

1.6.2. Мерная посуда

Для измерения объема жидкости и для приготовления растворов заданной концентрации используется мерная посуда различного назначения (рис. 3). Мерная посуда откалибрована для 20 °С и *ее нельзя нагревать*.

Мерный цилиндр 1 используется для измерения относительно больших объемов жидкости (1 мл – 2 л). Точность измерения при этом не очень велика.

Бюретка со стеклянным краном 2 или *с шариком 3* позволяет дозировать строго заданное количество жидкости с высокой точностью (0,1–0,05 мл), используется при проведении титрования.

Пипетка градуированная 4 служит для отбора точного объема небольшого количества жидкости (0,1–20 мл).

Мерная пипетка (пипетка Мора, 5) предназначена для отбора строго заданного объема жидкости (обычно 10–25 мл). Имеет кольцевую метку, по которой отмеряют заданный объем.

Мерная колба 6 используется для приготовления растворов точной кон-

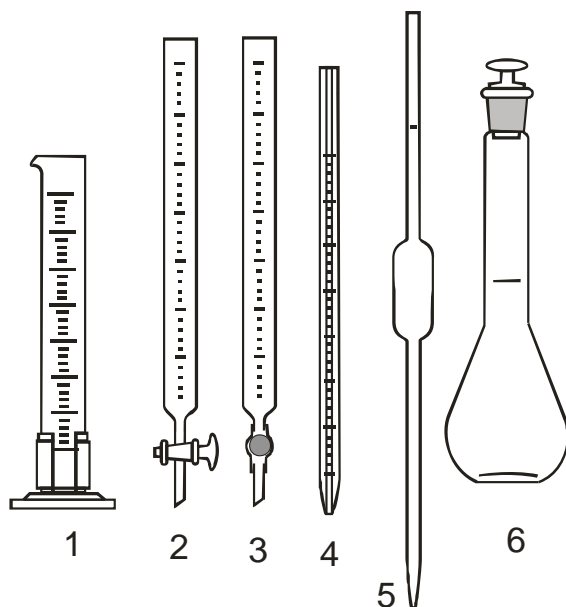


Рис. 3. Мерная посуда

1 – мерный цилиндр; 2 – бюретка с краном; 3 – бюретка с шариком;
4 – пипетка градуированная; 5 – пипетка Мора; 6 – мерная колба

центрации. Имеет кольцевую метку, до которой доводят объем растворителя.

1.6.3. Фарфоровая (керамическая) посуда

В химической лаборатории используется также керамическая посуда (рис. 4) ввиду ее относительно высокой механической прочности, термической устойчивости и низкой химической активности.

Кружки 1 и стаканы 2 применяются для приготовления и хранения моющих средств (соды, стирального порошка, хромовой смеси).

Ступка с пестиком 3 служит для растирания твердых веществ. Ступка изготовлена из толстостенного фарфора (в отличие от тиглей и выпарительных чашек) и *не предназначена для нагревания!*

Тигли 4 применяются для прокаливания веществ. Они могут использоваться как с крышкой, так и без нее.

Выпарительную чашку 5 применяют для упаривания растворов на водяной и песчаной банях или под ИК-излучателем.

Воронка Бюхнера 6 используется для фильтрования через бумажный фильтр при пониженном давлении.

Лодочки 7 используются для проведения синтезов в электропечах.

Ложка 8 и шпатель 9 служат для отбора порций твердых реактивов.

Треугольник 10 необходим для установки тиглей на кольце штатива.

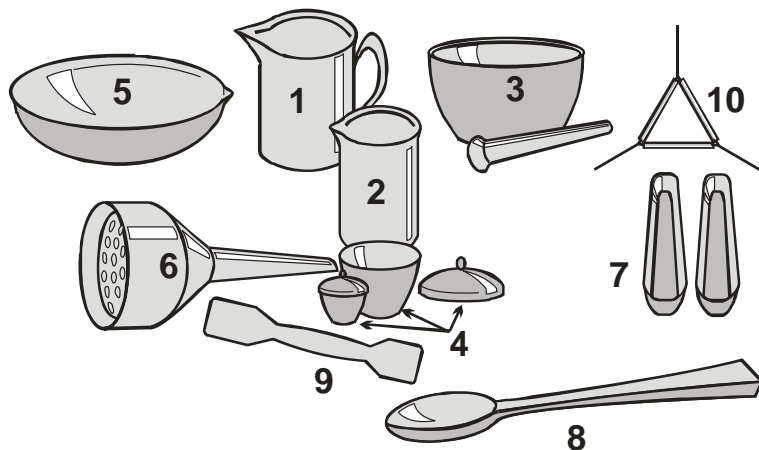


Рис. 4. Фарфоровая посуда

1 – кружка; 2 – стакан; 3 – ступка с пестиком; 4 – тигли с крышками;
5 – выпарительная чашка; 6 – воронка Бюхнера; 7 – лодочки;
8 – ложка; 9 – шпатель; 10 – треугольник

1.7. Правила сборки установок

При выполнении работ практикума часто приходится использовать сложные установки, включающие несколько составных частей. При сборке таких установок необходимо соблюдать следующие основные правила, позволяющие безопасно проводить эксперимент.

- Размер посуды следует выбирать в соответствии с количествами используемых реагентов и объемом выделяющихся в реакции газов.
- Нельзя полностью закрывать пробками реакционные сосуды, создавая замкнутые системы. В конструкции установки должно быть предусмотрено свободное сообщение с атмосферой, например, через хлоркальциевую трубку. Конструкция установки должна исключать возможность закупоривания подвода или отвода газов продуктами реакции.
- Установка должна занимать минимум рабочего места на лабораторном столе или в вытяжном шкафу. Не нужно стремиться выстроить части установки в одну линию.
- При сборке установки следует обратить внимание на герметичность соединений деталей в ней. Для соединения частей установки необходимо использовать плотно облегающие шланги минимальной длины. Не допускается соединять шланги «один в другой», без стеклянной трубки-переходника.
- Для контроля за скоростью тока газа можно использовать склянки Дрекселя с осушающей или инертной жидкостью. Чтобы содержимое склянки Дрекселя не попало в реакционный сосуд при изменении давления в установке, между ними рекомендуется поставить «предохранительную» пустую склянку Дрекселя.
- Для крепления частей установки в химической лаборатории используют штативы с набором крепежных элементов.

Штатив (рис. 5) представляет собой стальной стержень 1, укрепленный на тяжелом металлическом основании 2.

Кольца 3 чаще всего используются в качестве держателей химических воронок или фарфоровых треугольников для тиглей.

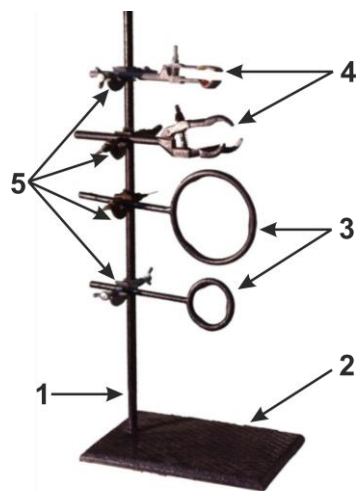


Рис. 5. Штатив с набором крепежных элементов
1 – стержень; 2 – основание;
3 – кольца; 4 – лапки; 5 – муфты

Лапки 4 служат для закрепления колб, холодильников, бюреток и т. д. Раздвижная часть лапки состоит из неподвижной и подвижной части, фиксируемой винтом. При горизонтальном креплении деталей установки лапку необходимо устанавливать неподвижной частью вниз. Стеклянные элементы установки необходимо крепить в лапках, используя мягкие прокладки из фетра или резины. При фиксации стеклянной посуды в лапке нельзя сильно затягивать винт, поскольку это может привести к разрушению стекла.

Для крепления лапок и колец на штативе используют муфты 5. При креплении лапки (или кольца) муфту устанавливают вырезом вверх, в этот вырез сверху вставляют лапку (или кольцо) и зажимают винтом.

При креплении детали в лапке штатива, а особенно при ее стыковке с другими частями прибора во избежание перекосов и поломки стеклянных элементов установки необходимо ослаблять только один из трех винтов («муфта-штатив», «лапка-муфта» или «закрепляемая деталь-лапка»), остальные винты должны быть надежно зафиксированы.

1.8. Химические реактивы

При работе в химической лаборатории студенту приходится иметь дело с достаточно большим количеством различных химических реактивов, а также их растворов. Для каждой лабораторной работы в соответствии с планом занятий лаборантом выставляется определенный набор реактивов, необходимых для проведения опытов.

Для квалификации химических реактивов по возрастанию степени их чистоты используются следующие обозначения (в скобках приведены принятые сокращения): технические (техн.), чистые (ч.), чистые для анализа (ч. д. а), химически чистые (х. ч.), особо чистые (ос. ч.).

Реактивы марки «ч.» и «ч. д. а.» используются при проведении большинства «пробирочных» опытов и синтезов в практикуме. Для приготовления охлаждающих смесей или мытья посуды рекомендуется брать наиболее дешевые реактивы марки «техн.».

При выполнении практикума студенту необходимо соблюдать следующие общие правила работы с реактивами.

- Для отбора твердых веществ из реактивной склянки необходимо использовать чистые стеклянные или стальные шпатели. Нужно также следить за тем, чтобы в отбираемый реактив не попадали кусочки парафина, которым иногда специально покрывают крышки склянки для защиты вещества от углекислого газа или паров воды.

- Для взвешивания сыпучих веществ (иногда следует предварительно их измельчить, растерев в ступке) препараты помещают на лист кальки, часовое стекло, в бюкс или небольшой стаканчик.
- Для загрузки в реакционную колбу сыпучих веществ используют специальные воронки с широким горлом.
- Жидкости переливают с помощью химических воронок, конец которых опускают в реакционный сосуд (для предотвращения разбрызгивания жидкости). При этом исходный сосуд с жидкостью необходимо держать этикеткой «вверх» во избежание порчи этикетки и одновременного загрязнения реактива.
- Пробки и крышки сосудов с реактивами при их открывании для отбора пробы необходимо класть на рабочую поверхность в перевернутом виде.
- Шпатели, стеклянные палочки и пипетки, которые соприкасались с реактивами необходимо помещать на лист фильтровальной бумаги.
- При проведении качественных опытов сухое вещество берут в количестве, едва закрывающем дно пробирки, а раствор – около 1 мл (~1 см по высоте пробирки).

1.9. Взвешивание

Одна из наиболее часто используемых операций в практикуме – взвешивание, для чего в лаборатории используются электронные весы (рис. 6). Детальная инструкция по взвешиванию приведена в приложении 1, с. 121. Ниже рассмотрены общие правила, которые необходимо соблюдать.

Взвешивание неагрессивных веществ

При взвешивании вещества никогда не помещают на чашку весов, а используют кусочек кальки или специальную тару. В качестве тары используют пластиковые лодочки для взвешивания, бюксы или часовые стекла. Не допускается взвешивание нагретых или горячих предметов и веществ!

Взвешивание агрессивных веществ

Агрессивные вещества взвешивают только в закрытых бюксах. Ампулы, пробирки и приемники, содержащие вещества, вначале помещают в стакан, а затем взвешивают.



Рис. 6. Лабораторные весы Ohaus Adventurer RV 313

Взятие навесок сыпучих веществ

Тару для взвешивания помещают на чашку весов, записывают ее массу и обнуляют показания весов нажатием соответствующей клавиши. Снимают тару с чашки весов, ставят на чистый лист бумаги, переносят в нее взвешиваемое вещество и снова помещают на чашу весов. Если масса вещества не соответствует заданной, то тару с веществом снимают с чашки весов и добавляют (или отбирают) необходимое количество вещества.

При взвешивании запрещается вносить вещество в тару, стоящую на чашке весов, так как вещество может попасть на весы и загрязнить их. Если загрязнение все же произошло, необходимо немедленно выключить весы, протереть их сначала влажной тряпкой, а затем насухо фильтровальной бумагой и лишь после этого повторить взвешивание.

1.10. Нагревание и охлаждение

Многие реакции при разных температурных условиях могут приводить к различным продуктам. Для нагревания или охлаждения в лабораторной практике используются приборы и приемы, с наиболее важными из которых вам предстоит ознакомиться в этом разделе.

1.10.1. Нагревание

Для нагревания в лаборатории используются различные приборы в зависимости от типа нагреваемой посуды (пробирки, конические, плоскодонные или круглодонные колбы, выпарительные чашки, тигли, лодочки и т. д.), а также от температуры нагревания. На рис. 7 приведены наиболее часто используемые в нашем практикуме нагревательные приборы.

Спиртовка 1 обычно используется для нагревания веществ в пробирках. Зажигать спиртовку можно только с помощью горячей спички или лучинки (не от другой спиртовки!). Для того чтобы погасить спиртовку, необходимо накрыть пламя фитиля колпачком (колпачок должен всегда находиться под рукой!). Для наиболее эффективного обогрева нагреваемые объекты следует помещать в верхнюю высокотемпературную часть пламени.

При нагревании пробирки необходимо закрепить ее в пробиркодержателе или лапке штатива. Пробирка должна быть слегка наклонена и направлена в сторону от присутствующих при эксперименте. Прогревание жидкости в пробирке пламенем спиртовки ведется по направлению сверху вниз во избежание перегрева ее нижнего слоя и последующего выброса жидкости из нее.



Рис. 7. Лабораторные нагревательные приборы

1 – спиртовка; 2 – электроплитка; 3 – колбонагреватель; 4 – водяная баня; 5 – песчаная баня; 6 – сушильный шкаф; 7 – муфельная печь; 8 – трубчатая печь

Электроплитка 2 с закрытой спиралью – наиболее часто используемый нагревательный прибор в лаборатории практикума. Она может быть использована для нагревания растворов в стаканах, плоскодонных и конических колбах, тиглей при прокаливании веществ и т. д.

Колбонагреватель 3 применяют для нагревания жидкостей в круглодонных колбах. Нагревание жидкости происходит в углублении колбонагревателя вдоль искривленной поверхности колбы.

При нагревании раствора в круглодонной колбе ее необходимо закрепить в лапке штатива. Для удобства эксплуатации в корпусе колбонагревателя часто предусматривается гнездо для установки стержня штатива. Во избежание локального перегрева жидкости у стенок колбы в раствор вносят «кипелки» – кусочки керамики или капилляры, запаянные с одного конца.

Водяная баня 4 представляет собой металлический сосуд, закрытый рядом колец разного диаметра, в который наливают воду (не более $2/3$ объема) и нагревают его на электроплитке. Такие бани чаще всего применяются для упаривания растворов. Чашка с упариваемым раствором не касается поверхности воды и обогрывается водяным паром. Если водяную баню используют

для подогрева реакционных смесей, нагреваемый сосуд можно частично погрузить в горячую воду.

Песчаную баню 5 применяют для нагревания веществ до 200–300 °С и упаривания высококипящих растворов. Она представляет собой металлический сосуд с прокаленным песком, обогреваемым с помощью электроплитки.

Сушильный шкаф 6 с регулятором температуры используют для высушивания посуды (но не мерной!), а также веществ, устойчивых на воздухе и не разлагающихся при нагревании.

Муфельную печь 7 с терморегулятором используют для нагревания или прокаливания веществ при высокой температуре (более 500 °С). Твердое вещество помещают в керамический тигель, который с помощью тигельных щипцов осторожно вносят в муфельную печь и нагревают до соответствующей температуры.

Трубчатую печь 8 применяют для проведения реакций в токе газа при высокой температуре. Твердое вещество в фарфоровой, кварцевой или металлической лодочке вносят в кварцевую трубку, помещенную в трубчатую электрическую печь, и нагревают до соответствующей температуры.

1.10.2. Охлаждение

Для проведения химических реакций при температуре ниже комнатной используются охлаждающие смеси. Составы различных охлаждающих смесей приведены в табл. 1.

Для приготовления наиболее часто используемой в лабораторной практике охлаждающей смеси на основе льда и хлорида натрия поступают следующим образом. Крупные куски льда предварительно измельчают в холщовом мешочке или полотенце с помощью деревянного молотка. Измельченный лед помещают в кристаллизатор и добавляют мелкокристаллический хлорид натрия в расчете 35 г соли (около двух столовых ложек) на 100 г льда (примерно один стакан). Приготовленную смесь тщательно перемешивают с помощью большого шпателя или фарфоровой ложки. Для поддержания постоянной температуры в реакционной смеси охлаждающую смесь следует периодически перемешивать.

Для достижения температур ниже –50 °С можно использовать смеси жидкого азота или твердого углекислого газа («сухого льда») с органическими растворителями. Так, например, при смешении жидкого азота с диэтиловым эфиром достигается температура –100 °С.

Охлаждающие смеси с использованием льда

Соль	$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NH_4Cl	NH_4NO_3	NaCl	$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Количество соли (г) на 100 г льда	41	25	45	33	143
Минимальная температура, °С	-9	-15	-17	-21	-40

1.11. Упаривание растворов

Упаривание растворов – операция удаления растворителя путем испарения с целью повышения концентрации раствора или выделения вещества, содержащегося в нем. Скорость испарения жидкости зависит от ряда факторов: температуры, давления, площади поверхности испарения.

Упаривание раствора можно проводить при атмосферном давлении на водяной бане. Выпарительная чашка с раствором помещается на водяную баню таким образом, чтобы дно чашки не касалось поверхности воды и обогревалось только водяным паром.

Упаривать растворы при атмосферном давлении можно также с помощью специальной инфракрасной лампы, которая покрыта составом, задерживающим ультрафиолетовую часть излучения. Для этого выпарительная чашка с раствором помещается на небольшом расстоянии от поверхности лампы и выдерживается до испарения необходимого объема растворителя.

Для ускорения упаривания растворов можно использовать также ротационный испаритель (рис. 8), который позволяет проводить эту операцию при пониженном давлении, повышенной температуре и вращении колбы с раствором для увеличения поверхности испарения.



Рис. 8. Ротационный испаритель IKA basic RV 5

1.12. Перемешивание

Кроме перемешивания вручную (встряхивания или перемешивания с помощью стеклянной палочки), в препаративной химии используются *механические (верхнеприводные)* и *магнитные мешалки* (рис. 9) с регулируемой скоростью вращения.

Перемешивание с помощью механической мешалки обеспечивается за счет вращения металлической или стеклянной мешалки электромотором, располагающимся сверху реакционного сосуда. Работу мешалки проверяют, постепенно увеличивая скорость вращения электромотора.

Перемешивание реакционной смеси с помощью магнитной мешалки обеспечивается вращением «якорька» (сердечника – небольшого стального стерженька в стеклянной, полиэтиленовой или тефлоновой оболочке), приводимого в движение постоянным магнитом, который вращается в корпусе, выполненном в виде столика.



Рис. 9. Лабораторные мешалки

1 – механическая (верхнеприводная) мешалка;

2 – магнитная мешалка без нагрева;

3 – магнитная мешалка с нагревом и измерительной термопарой

В большинстве типов современных магнитных мешалок предусмотрено нагревание реакционной смеси. Иногда они дополнительно снабжаются специальными измерительными термопарами, позволяющими измерять температуру реакционной смеси и поддерживать ее на заданном значении.

Термопары представляют собой две проволоки или тонкие пластинки ленточного типа, спаянные с одного конца. Для изготовления термопар используют металлы (медь, платину) или сплавы (алюмель, хромель, констант, платиново-родиевый сплав). Спай термопары помещается в зону измерения температуры, а свободные концы присоединяются к гальванометру, шкала которого отградуирована под соответствующую температуру. При нагревании спая термопары в цепи возникает ток, который и фиксируется гальванометром.

Детально с инструкциями по работе с магнитными мешалками, используемыми в практикуме, можно ознакомиться в приложении 1, с. 123.

1.13. Работа с газами

1.13.1. Газовые баллоны и работа с ними

Газ в баллонах (рис. 10) находится под высоким (до ~150 атм) давлением в сжатом или сжиженном состоянии, поэтому баллоны являются источником повышенной опасности, их нельзя подвергать тепловому воздействию или ударам. Баллоны должны быть надежно закреплены.

Студентам не разрешается самостоятельно открывать и перемещать газовые баллоны!

Для снижения давления газа на выходе из баллона 1 после вентиля 2 устанавливают газовый редуктор 3. Регулировку скорости потока газа из баллона осуществляют с помощью регулировочного винта редуктора. Медленно вращая его, устанавливают нужный ток газа.

По окончании работ следует перекрыть вентиль 2, дать снизиться давлению в системе (проверяют по манометру высокого давления редуктора, расположенному ближе к баллону), после чего полностью ослабляют регулировочный винт редуктора 3.

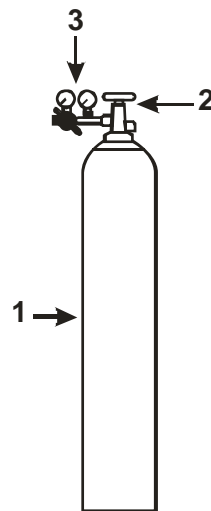


Рис. 10. Газовый баллон
1 – баллон; 2 – вентиль;
3 – редуктор

1.13.2. Аппарат Киппа

С помощью аппарата Киппа в практикуме, как правило, получают водород и углекислый газ. Аппарат Киппа (рис. 11) состоит из трех сообщающихся резервуаров 1, 2 и 4. Твердый реагент помещают в средний шарообразный резервуар 2 на пластмассовый или фарфоровый вкладыш 3, предохраняющий от попадания твердого реагента в резервуар 4.

Для загрузки аппарата Киппа вынимают боковую трубку с краном 5 и через тубус 6 помещают куски твердого реагента на кольцо 3 вокруг центрального отверстия. Жидкий реагент заливают при открытом кране 5 через воронку, вставленную в отверстие верхнего резервуара до тех пор, пока жидкость не покроет весь твердый реагент (рис. 11, б). В результате начинается реакция и выделяется газ.

Аппарат Киппа способен длительное время автоматически поддерживать заданный ток газа. При перекрывании крана 5 давление газа в среднем резервуаре повышается, в результате чего жидкость из среднего и нижнего резервуаров частично вытесняется в верхний резервуар, твердый реагент перестает контактировать с жидким, и реакция прекращается.

После окончания эксперимента вынимают боковую пробку с краном 5, через тубус 6 извлекают неизрасходованный твердый реагент и весь аппарат Киппа промывают водой.

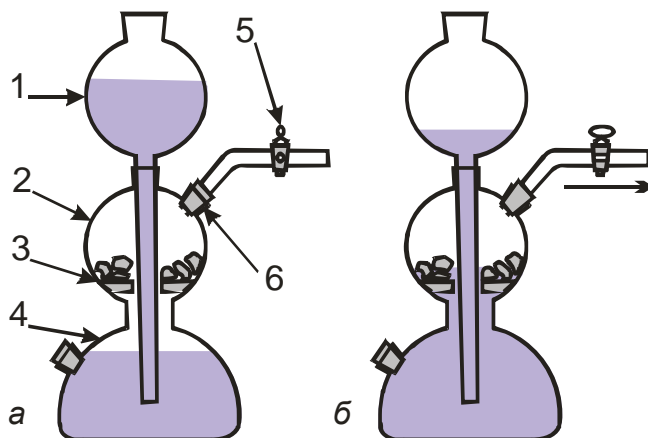


Рис. 11. Аппарат Киппа

- a* – перед началом работы, *б* – в процессе получения газа;
1, 2, 4 – резервуары; 3 – вкладыш; 5 – кран регулировки подачи газа;
6 – тубус для загрузки центрального резервуара

1.14. Выделение и высушивание осадков

1.14.1. Декантация

Простейшим способом отделения жидкости от нерастворимого вещества является *декантация*, т. е. сливание жидкости с отстоявшегося осадка. Для этого взвеси осадка и раствора дают отстояться, а затем очень осторожно, *не допуская перемешивания, аккуратно сливают верхнюю часть раствора.*

Зачастую операцию декантации *используют для промывки осадка от какой-либо растворимой в растворителе примеси.* Для этого к декантированному осадку добавляют растворитель (чаще всего дистиллированную воду) и перемешивают полученную смесь стеклянной палочкой. Осадку вновь дают осесть на дно и осторожно, не взмучивая осадок, сливают слой раствора по стеклянной палочке.

С помощью декантации трудно полностью отделить раствор от осадка, поэтому для более качественного отделения используют фильтрование.

1.14.2. Фильтрование

При фильтровании раствор с осадком пропускают через мелкопористый материал (фильтр), который задерживает на своей поверхности твердые частицы. Жидкость, прошедшую через фильтр и освобожденную от находившихся в ней твердых частиц, называют *фильтратом* или *маточным раствором.*

Скорость фильтрования зависит от размеров частиц твердого вещества, размеров пор фильтра, вязкости жидкости, температуры, давления. Для фильтрования используют различные пористые материалы: фильтровальную бумагу, ткани, вату, стекловату, пластинки из пористого стекла или керамики, различные сыпучие материалы (кварцевый песок, силикагель, активированный гранулированный уголь).

Типы фильтровальных материалов

Фильтровальная бумага – наиболее часто используемый в лаборатории фильтрующий материал. Она поступает в лабораторию в виде листов или круглых фильтров различного диаметра. В зависимости от типа фильтруемого осадка необходимо выбирать пористость бумажного фильтра, которая маркируется на упаковке соответствующим образом (табл. 2).

Бумажные фильтры бывают *обычные (гладкие)* и *складчатые.* Складчатый фильтр более эффективен, т. к. у него больше фильтрующая поверхность. Размер фильтра должен быть таким, чтобы его *верхний край не доходил до края воронки на 3–5 мм.*

Маркировка фильтровальной бумаги

<i>Скорость фильтрации</i>	<i>Тип фильтруемого осадка</i>	<i>Цвет ленты на упаковке</i>
Высокая	Крупнокристаллический	Белый, желтый
Умеренная	Кристаллический	Красный
Низкая	Мелкокристаллический	Зеленый, синий
Очень низкая	Особо мелкокристаллический	Фиолетовый

Приготовление обычного (гладкого) фильтра (рис. 12, а). Чтобы приготовить гладкий фильтр, из листа фильтрованной бумаги вырезают ножницами квадрат, размер которого зависит от размера воронки; складывают его сначала вдвое, а потом вчетверо. Один из углов сложенного квадрата обрезают ножницами по дуге, отделяют пальцем один слой бумаги от трех остальных и расправляют. Получается конус. Приготовленный фильтр вкладывают в воронку так, чтобы он плотно прилегал к ее стенкам. Затем, слегка прижимая бумагу пальцем к стеклу воронки, смачивают фильтр небольшим количеством растворителя.

Приготовление складчатого фильтра (рис. 12, б). Для изготовления складчатого фильтра квадратный лист фильтровальной бумаги складывают вчетверо и обрезают (так же, как для приготовления гладкого фильтра). Гладкий фильтр раскрывают так, чтобы получился полукруг. Затем заготовку как можно чаще складывают по радиусу то в одну сторону, то в другую. Получается гармоника, которую расправляют так, чтобы образовался конус, и вставляют в воронку.

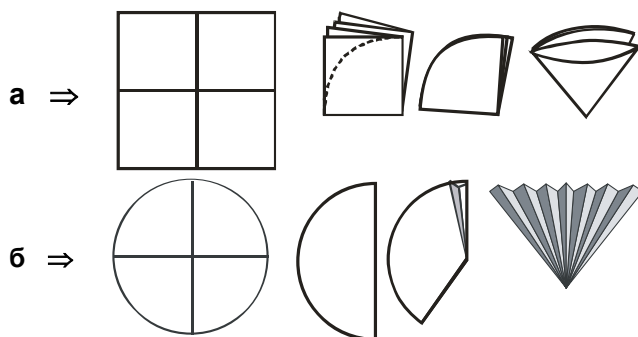


Рис. 12. Изготовление бумажного фильтра
а – обычного (гладкого); б – складчатого

Стеклянные пористые фильтры (стеклофильтры) можно использовать для фильтрования самых разных растворов, в том числе и агрессивных (кислоты, разбавленные щелочные растворы), за исключением концентрированных щелочных жидкостей и растворов плавиковой кислоты. В зависимости от пористости мембраны, стеклянные фильтры делят на четыре типа (табл. 3). На стеклофильтрах отечественного производства пористость указывают в виде надписи, например, «пор 40», иностранные производители используют классификацию *Sx*, где *x* – один из стандартных типов пористости:

Таблица 3

Маркировка стеклянных пористых фильтров

<i>Диаметр пор, мкм</i>	<i>Класс Sx</i>	<i>Тип фильтруемого осадка</i>
160	S1	Крупнокристаллический
100	S2	Кристаллический
40	S3	Мелкокристаллический
16	S4	Особо мелкокристаллический

В связи с тем, что стеклофильтры используются многократно, после каждого фильтрования их необходимо тщательно промыть. Для этого используют воду, различные органические растворители, а для особо трудноудаляемых осадков – растворы, обладающие сильными окислительными свойствами (концентрированную азотную кислоту, хромовую смесь, «царскую водку» и т. д.).

Фильтрование при обычном давлении

При обычном фильтровании воронку с фильтром укрепляют на кольце штатива или в фарфоровом треугольнике. Иногда воронку вставляют непосредственно в горло колбы. Воронку устанавливают так, чтобы ее конец касался стенки сосуда, в который собирают фильтрат, на расстоянии 15–20 мм от его верхнего края (рис. 13). Смесь жидкости с осадком перемешивают стеклянной палочкой и, не давая осадку осесть на дно, аккуратно наливают полученную взвесь в воронку по стеклянной палочке до уровня заполнения воронки на 2–3 мм ниже края фильтра.

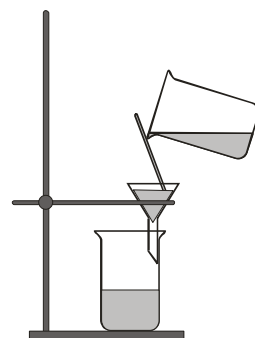


Рис. 13. Установка для обычного фильтрования

Горячее фильтрование

При перекристаллизации вещества необходимо фильтровать горячие насыщенные растворы. При попадании на фильтр такого раствора происходит его охлаждение и выпадение части перекристаллизуемого вещества в виде кристаллического осадка, что ведет к потере очищаемого продукта. Чтобы этого не происходило, используют воронки для горячего фильтрования (рис. 14).

В такое нагревательное устройство вставляют стеклянную коническую воронку, в которую, в свою очередь, вкладывают гладкий или складчатый фильтр. Перед фильтрованием данную установку нагревают примерно до температуры фильтруемого раствора. Последующие операции фильтрования проводятся аналогично обычному фильтрованию на конической стеклянной воронке с бумажным фильтром.

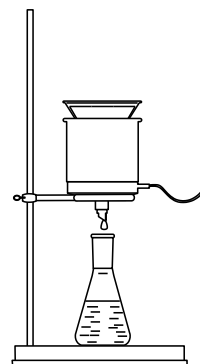


Рис. 14. Установка для горячего фильтрования

Фильтрование под уменьшенным давлением

Для ускорения процесса фильтрования его ведут при пониженном давлении. При таком способе фильтрования используют воронки Бюхнера или стеклянные пористые фильтры. В качестве приемников фильтрата обычно используют колбы Бунзена, а в случае небольших количеств растворов – пробирки Вюрца. Установку для фильтрования под уменьшенным давлением (рис. 15) подсоединяют к водоструйному или мембранному насосу. Насос создает в сосуде разрежение, благодаря чему фильтрование протекает с большей скоростью.

Фильтрование под уменьшенным давлением производят следующим образом. Из фильтровальной бумаги вырезают кружок, диаметр которого на 2–3 мм меньше диаметра дна воронки Бюхнера. Кружок кладут на дно воронки и смачивают дистиллированной водой.

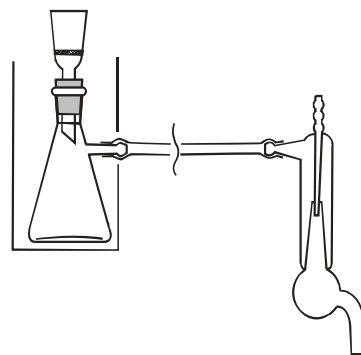


Рис. 15. Фильтрование под уменьшенным давлением

Воронку Бюхнера с резиновой пробкой вставляют в горло колбы Бунзена, защищенной специальным сетчатым чехлом. Во избежание попадания водопроводной воды в маточный раствор между колбой Бунзена и насосом рекомендуется присоединить пустую толстостенную предохранительную склянку.

Взмученный осадок по стеклянной палочке переносят на фильтр, включают вакуумный насос и аккуратно присоединяют к нему собранную установку. По мере уменьшения объема фильтруемой взвеси в воронке Бюхнера постепенно доливают раствор на фильтр, следя за тем, чтобы осадок постоянно находился под слоем жидкости. В противном случае в нем образуются трещины, и дальнейшее фильтрование протекает неравномерно.

Если для дальнейшей работы нужен осадок, а не фильтрат, то после окончания фильтрования его следует промыть. В качестве промывной жидкости можно использовать небольшое количество охлажденного растворителя, используемого для перекристаллизации, или растворитель, в котором осадок плохо растворяется. Для промывания вначале отключают насос от прибора (*не перекрывая при этом поток воды в водоструйном насосе!*), затем приливают в воронку промывную жидкость, осторожно (*чтобы не порвать бумажный фильтр!*) взмучивают осадок и вновь присоединяют насос.

По окончании фильтрования сначала отсоединяют насос от колбы Бунзена, а затем его выключают. Воронку вынимают из колбы, осадок переносят с помощью шпателя в подготовленную тару (бюкс, чашку Петри и др.).

1.14.3. Высушивание осадков

Для ускорения высушивания твердых веществ используют следующий ряд приемов: отжим между листами фильтровальной бумаги; высушивание в потоке проходящего через вещество воздуха, создаваемого насосом; замена удаляемой жидкости на легколетучие растворители; высушивание на открытом воздухе; высушивание при нагревании; высушивание в эксикаторе с осушающими реагентами. Высушенное вещество не должно прилипать к стеклянной палочке и не должно изменять массу при последующих операциях высушивания.

Отжим между листами фильтровальной бумаги. Для удаления избытка растворителя сырой продукт помещают между листами фильтровальной бумаги и тщательно отжимают. При необходимости процедуру отжима повторяют, заменив намокшие листы фильтровальной бумаги новыми.

Высушивание в потоке проходящего через вещество воздуха. Для этого после операции фильтрования при пониженном давлении вещество на фильтре оставляют на 10–15 мин в токе воздуха, создаваемом насосом.

Замена удаляемой жидкости на легколетучие растворители. Данный способ наиболее эффективен при отделении твердого вещества от жидкости фильтрованием при пониженном давлении. Если вещество необходимо быстро высушить от воды, его несколько раз промывают на воронке небольшим количеством спирта, а затем – эфиром. Для ускорения высушивания через твердый осадок на воронке в течение некоторого времени пропускают воздух с помощью водоструйного (мембранного) насоса. Важно, чтобы легколетучие растворители не вступали во взаимодействие с осадком и не растворяли его.

Высушивание на открытом воздухе. Этот способ может быть применен к веществам негигроскопичным, легко отдающим влагу, не окисляющимся на воздухе, когда время сушки не имеет значения. Вещество насыпают тонким слоем в чашку Петри или другой широкий сосуд и выдерживают на воздухе до полного высыхания.

Высушивание при нагревании. Скорость потери твердым веществом влаги и других растворителей сильно увеличивается при повышении температуры. Высушивание при нагревании обычно проводят в сушильных шкафах. Этот метод можно рекомендовать только для устойчивых к нагреванию соединений со сравнительно высокой температурой плавления и разложения. Вещество, помещенное в открытую чашку Петри или бюкс, ставят на полку сушильного шкафа и включают шкаф, настроенный на нужную температуру.

Высушивание в эксикаторе с осушающими реагентами. Высушивание в эксикаторе над водоотнимающими реагентами позволяет добиться более полного удаления влаги даже из гигроскопичных соединений по сравнению с высушиванием на воздухе. На дно эксикатора помещают водоотнимающий реагент (безводный хлорид кальция, концентрированную серную кислоту, оксид фосфора(V) и т. д.). Размещают в эксикаторе специальный фарфоровый вкладыш, на который ставят осушаемое вещество в широком открытом сосуде (например, чашке Петри). Если используется вакуумный эксикатор, его укрывают плотной материей или металлической сеткой и подключают к водоструйному или мембранному насосу. В вакуумном эксикаторе использовать в качестве водоотнимающего средства концентрированную серную кислоту запрещается!

1.15. Лабораторная работа «Фильтрование»

Цель работы – научиться простейшим и наиболее часто используемым приемам работы в химической лаборатории: фильтрованию в обычных условиях и под уменьшенным давлением.

Реагенты для получения труднорастворимых осадков

№	Реагенты	Состав осадка
1	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{KI}$	PbI_2
2	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{Na}_2\text{S}$	PbS
3	$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{K}_2\text{CrO}_4$	PbCrO_4
4	$\text{BaCl}_2 + \text{K}_2\text{CrO}_4$	BaCrO_4
5	$\text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4$	BaSO_4
6	$\text{BaCl}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3$	BaCO_3
7	$\text{CoCl}_2 + \text{NaHCO}_3$	CoCO_3
8	$\text{NiCl}_2 + \text{NaHCO}_3$	NiCO_3
9	$\text{CuSO}_4 + \text{Na}_2\text{S}$	CuS
10	$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 + \text{Na}_2\text{S}$	CdS

При сливании перечисленных в табл. 4 растворов веществ образуются осадки нерастворимых в воде соединений.

Получить у преподавателя задание и написать уравнение реакции.

Подготовить необходимую для работы посуду. Собрать установки для обычного фильтрования (см. рис. 13, с. 33) и для фильтрования под уменьшенным давлением (см. рис. 15, с. 34). Мерным цилиндром отмерить по 5 мл необходимых для реакции исходных 0,5 М растворов. Слить растворы в небольшом стакане объемом 25–50 мл. Тотчас же образуется осадок. *Отметить его цвет.*

Полученный осадок отфильтровать через обычный (гладкий) фильтр, перенося взвесь в воронку по стеклянной палочке.

Вновь получить осадок, как описано выше, и отфильтровать его через складчатый фильтр.

Снова получить осадок и отфильтровать его на воронке Бюхнера под уменьшенным давлением.

Отметить скорость фильтрования в каждом случае.

Глава 2. Методы идентификации неорганических соединений

2.1. Исследование химических свойств

Идентификацию химических соединений можно осуществлять с помощью химических реакций, характеризующих химические свойства данного вещества. Обычно для этого используют растворы 0,1–0,2 г сухого препарата (на кончике шпателя) в 1–2 мл воды. Такой раствор делят на несколько пробирок, в каждую из которых вносят по несколько капель соответствующего реагента и наблюдают происходящие изменения. При необходимости раствор нагревают и слегка перемешивают, осторожно встряхивая пробирку.

2.2. Определение температуры плавления

Температура плавления ($T_{пл.}$) – постоянная величина для каждого кристаллического вещества, не содержащего примесей. Наличие примесей обычно понижает величину $T_{пл.}$. Таким образом, значение температуры плавления является показателем чистоты вещества.

*Определение температуры плавления
с помощью нагревательного столика «Бозциус»*

При визуальном методе определения температуры плавления наблюдают за изменением внешнего вида образца вещества. Температурой плавления считают значение температуры в момент исчезновения твердой фазы. Прибор для определения $T_{пл.}$ (рис. 16) состоит из электрически нагреваемого круглого металлического блока, укрепленного на объектном столике микроскопа.

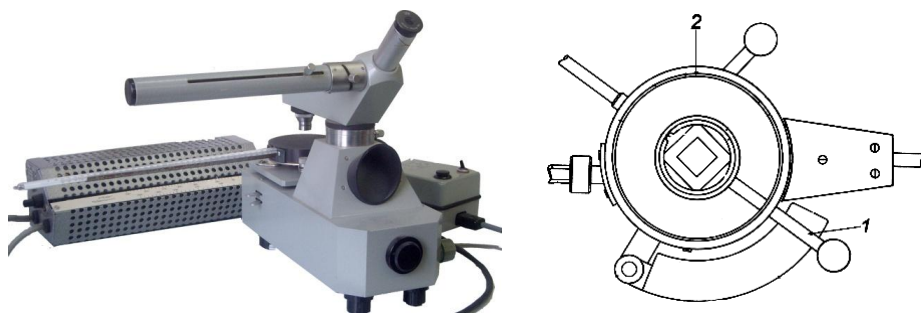


Рис. 16. Прибор для измерения температуры плавления (столик «Бозциус»): общий вид прибора (слева) и нагревательный блок (справа)

Нагревательный блок имеет центральное отверстие, через которое происходит освещение поля зрения. Определение точки плавления проводится в проходящем свете и примерно стократном увеличении.

Визуальное устройство нагревательного столика позволяет наблюдать вещество и термометр в окуляре в раздельном поле. В комплект прибора «Боэциус» входят два термометра с диапазонами 20–360 °С и 70–360 °С. Небольшое количество тонко растертого вещества насыпают на предметное стекло и помещают на нагревательный столик (см. рис. 16, *справа*). Предметное стекло с исследуемым веществом покрывают специальным защитным стеклянным устройством с ручкой – направляющей объекта 1. На нагревательный столик с веществом и направляющую объекта кладут защитное стекло 2. Для освещения прибора его подключают к сети через трансформатор, входящий в комплект прибора. Направляющей объекта перемещают вещество в поле зрения. Устанавливают термометр в раздельном визуальном поле.

Регулирование температуры нагревательного столика осуществляют с помощью реостата. Включают реостат в сеть и, передвигая подвижной контакт, повышают температуру с необходимой скоростью (обычно 2–4 °С/мин). В окуляре в раздельных визуальных полях одновременно наблюдают изменение температуры и картину плавления кристаллов. После окончания определения температуры плавления реостат отключают, снимают с нагревательного столика защитное устройство и направляющую объекта, выключают освещение прибора. Если между опытами требуется быстрое охлаждение, на нагревательный столик кладут специальный водоохлаждающий блок.

2.3. Изучение электропроводности растворов

В растворах электролитов электропроводность обусловлена движением ионов. Способность растворов к проводимости характеризуется сопротивлением (R) или электропроводностью – величиной, обратной сопротивлению. Сопротивление проводника R прямо пропорционально его длине l (см) и обратно пропорционально поперечному сечению S (см²):

$$R = \frac{\rho \cdot l}{S}.$$

Коэффициент пропорциональности ρ (Ом · см), равный сопротивлению проводника при $l = 1$ см и $S = 1$ см², называется удельным сопротивлением. Величина, обратная удельному сопротивлению, называется удельной электропроводностью и обозначается как $\chi = 1/\rho$ (Ом⁻¹ · см⁻¹ или См · см⁻¹,

См (сименс) – единица измерения электрической проводимости). Удельная электропроводность раствора электролита представляет собой электропроводность 1 см^3 раствора, помещенного между двумя параллельными электродами площадью 1 см^2 при расстоянии между ними 1 см . Электропроводность раствора измеряется в ячейках с прочно закрепленными электродами и зависит от размера, формы электродов, расстояния между ними, концентрации раствора, температуры, объема раствора, т. к. ток проводит весь раствор.

В химии вместо удельной электропроводности χ удобнее пользоваться молярной электропроводностью μ – количество электричества, проходящее через раствор, содержащий 1 моль вещества, помещенного между электродами на расстоянии 1 см . Молярная электропроводность вычисляется по формуле:

$$\mu = \frac{\chi \cdot 1000}{C},$$

где χ – удельная электропроводность ($\text{См} \cdot \text{см}^{-1}$), C – концентрация (моль/л).

Многочисленные измерения электропроводности разных типов электролитов показали, что можно установить некоторые средние цифры, в области которых колеблются средние значения молярной электропроводности соединений, распадающихся на определенное число ионов. Так, для концентраций растворов солей 10^{-3} М при $25 \text{ }^\circ\text{С}$ приближенные значения μ приведены в табл. 5.

Таблица 5

Приближенные значения молярной электропроводности (μ) для солей ($C = 10^{-3} \text{ М}$) с различным числом ионов

Тип соли	Число ионов	μ , $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^2 \cdot \text{моль}^{-1}$
$\text{A}^+ \text{B}^-$	2	100
$\text{A}^{2+} \text{B}_2^-$ или $\text{A}_2^+ \text{B}^{2-}$	3	250
$\text{A}^{3+} \text{B}_3^-$ или $\text{A}_3^+ \text{B}^{3-}$	4	400
$\text{A}^{4+} \text{B}_4^-$ или $\text{A}_4^+ \text{B}^{4-}$	5	500

Следует учитывать не только число ионов, но и их заряд. В случае образования многозарядных ионов молярная электропроводность возрастает. Таким образом, на основании данных измерения электропроводности можно сделать вывод о типе ионного распада соединения в растворе.

Устройство для экспериментального измерения электропроводности представляет собой кварцевый каркас с впаянными друг против друга плати-

новыми электродами, присоединенными к прибору – кондуктометру. Кварцевый каркас с электродами погружают в стеклянный стакан, содержащий исследуемый раствор. Каркас с электродами и стеклянный сосуд (стакан) называют электролитической ячейкой. Для каждой конкретной ячейки определяется величина, называемая постоянной ячейки « K », которая в дальнейшем используется для измерения электропроводности.

Для определения значений электропроводности растворов в данном практикуме используется многофункциональный прибор «Анион», детальная инструкция по работе с которым приведена в приложении 1, с. 130.

2.4. Микроскопические исследования

Кристаллические вещества характеризуются формой кристаллов, что может помочь при идентификации полученных соединений. Обычно форму кристаллов определяют с помощью микроскопов. Вещество помещают на предметный столик микроскопа и рассматривают в отраженном или проходящем свете. В практикуме используются современные стереомикроскопы с различной кратностью увеличения (рис. 17). Кроме того, некоторые из них позволяют выводить изображения кристаллов на монитор компьютера или цифровой фотоаппарат. Детальная инструкция по использованию микроскопа Carl Zeiss Stemi 2000 приведена в приложении 1, с. 127.



Рис. 17. Лабораторные стереомикроскопы
а – Carl Zeiss Stemi DV 4;

б – Carl Zeiss Stemi 2000 C с блоком детектирования светооптических исследований

2.5. Спектральные методы исследования

Обычный химический анализ, к сожалению, далеко не всегда позволяет надежно идентифицировать полученное вещество, т. е. определить его состав и строение. Рассмотренные выше методы (электропроводность растворов, микроскопия кристаллов, определение температуры плавления веществ) позволяют идентифицировать хорошо изученные на сегодняшний день соединения, однако в современном исследовании состава (а тем более строения) веществ не являются достаточными. Основными средствами определения состава и строения вещества сегодня являются разнообразные физико-химические методы анализа (спектроскопия, рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализы и др.). Данное пособие не имеет своей целью детально обсуждать принципы и особенности этих методов с позиции строения вещества и квантовой механики. В этой главе мы рассмотрим лишь основы спектральных методов, используемых в практикуме по неорганической химии при идентификации химических соединений.

Все спектральные методы основаны на взаимодействии вещества с электромагнитным излучением и опираются на второй постулат Бора, говорящий о том, что при переходе атома (молекулы) из одного квантового состояния в другое атом (молекула) испускает или поглощает квант электромагнитного излучения (фотон), энергия которого равна разности энергий их стационарных состояний:

$$\Delta E = E_2 - E_1 = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda},$$

где ΔE – разность энергий между соответствующими уровнями, h – постоянная Планка; ν – частота электромагнитного излучения; λ – длина волны; c – скорость света. Таким образом, спектр представляет собой график зависимости поглощения или испускания света от частоты электромагнитного излучения.

В зависимости от типа спектроскопии используемое электромагнитное излучение можно охарактеризовать различными способами: в джоулях на моль (Дж/моль) или электрон-вольтах (эВ) для ΔE ; в герцах (Гц) для частоты ν ; в микрометрах (мкм) или нанометрах (нм) для длины волны λ ; в обратных сантиметрах (см^{-1}) для волнового числа $\omega = 1 / \lambda$.

В каждой области используемого электромагнитного излучения при облучении затрагиваются разные составляющие внутренней энергии молекулы: колебательные и вращательные переходы, возбуждение электронов и их переход на другие молекулярные (или атомные – в случае атомов) орбитали. Каждый вид внутренней энергии молекулы имеет квантовый характер и мо-

жет быть охарактеризован определенным набором энергетических уровней или термов и соответствующих квантовых чисел. Таким образом, каждой области электромагнитного излучения соответствует свой тип спектроскопии, дающий различную информацию о строении и свойствах молекулы.

В нашем практикуме для идентификации полученных соединений применяются следующие спектроскопические методы: электронная спектроскопия (в видимой и ультрафиолетовой области спектра), колебательная спектроскопия (в инфракрасной области спектра) и спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР-спектроскопия). Рассмотрим основные принципы интерпретации таких спектров соединений на отдельных примерах.

2.5.1. Электронная (УФ-видимая) спектроскопия

Электронные спектры (в видимом и ультрафиолетовом диапазоне) описывают переходы между электронными энергетическими уровнями (интервал между уровнями 1–10 эВ; длина волны электромагнитного излучения 10^3 – 10^2 нм). Различные электронные переходы требуют неодинаковой энергии, поэтому полосы в спектре располагаются при разных длинах волн.

На практике для области электронных переходов регистрируют спектры поглощения, т. е. ослабление светового потока при прохождении через соответствующую среду (газ, жидкость (раствор), твердую фазу). Если интенсивность падающего на образец излучения I_0 , а интенсивность прошедшего через образец излучения I , то величина $T = I / I_0$, называемая *коэффициентом пропускания*, является характеристикой поглощающего вещества. Отрицательный десятичный логарифм T называют *оптической плотностью D*:

$$-\lg T = -\lg \frac{I}{I_0} = \lg \frac{I_0}{I} = D.$$

Поглощение света при прохождении через определенную среду подчиняется *закону Бугера–Ламберта–Бера*:

$$D = \varepsilon \cdot C \cdot l,$$

где ε – молярный коэффициент поглощения или *коэффициент экстинкции* (л / (моль · см)), C – концентрация вещества (моль / л), l – длина оптического пути (см).

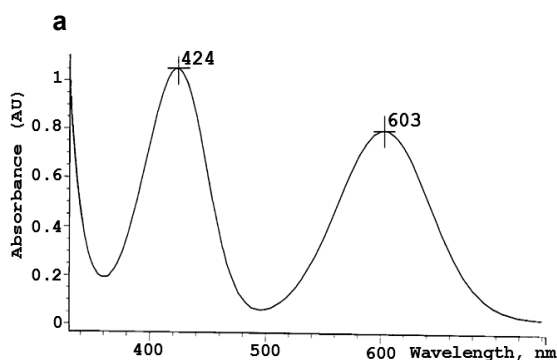
Молярный коэффициент экстинкции ε является индивидуальной характеристикой вещества и зависит, также как и D , от длины волны электромагнитного излучения.

Электронные спектры поглощения записывают в виде кривой, отражающей зависимость D от λ . Для комплексных соединений внешний вид электронного спектра очень сильно зависит от различных параметров: электронной конфигурации центрального атома, геометрии координационного полиэдра, донорно-акцепторных свойств лигандов.

При анализе электронных спектров определяют положение максимумов полос поглощения, а также соответствующие этим максимумам оптические плотности D . Затем рассчитывают ϵ (чаще $\lg \epsilon$) и сравнивают полученные значения с соответствующими данными для того же соединения, приведенного в атласе электронных спектров или оригинальной литературе.

Проиллюстрируем интерпретацию электронного спектра раствора одного из полученных студентом соединений (рис. 18, а).

Данный спектр зарегистрирован в области 330–800 нм для водного раствора $K_3[Co(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ с концентрацией комплексного соединения $C = 5 \cdot 10^{-3}$ М в кювете длиной 1 см (l – длина оптического пути). В этой области спектра содержатся полосы поглощения при 424 и 603 нм, соответствующие $d-d$ электронному переходу между орбиталями центрального атома в октаэдрическом окружении поля лигандов. Оптические плотности D равны 1,05 и 0,80 соответственно. Руководствуясь законом Бугера–Ламберта–Бера,



Name	Peaks (nm)	Abs (AU)
$K_3[Co(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$	424.0	1.04930
	603.0	0.79536

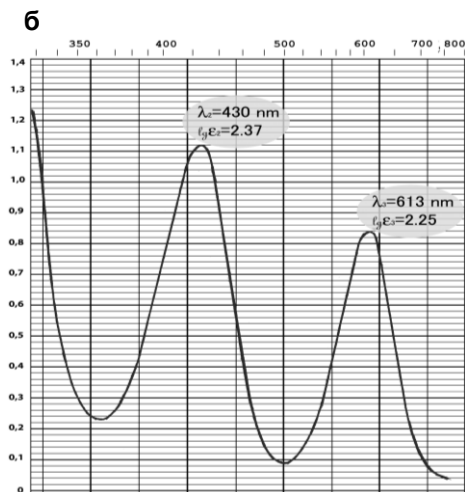


Рис. 18. Электронные спектры поглощения раствора $K_3[Co(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$
 а – спектр синтезированного соединения; б – эталонный спектр из атласа

найдем коэффициенты экстинкции ε_i для этих полос и их логарифмическую величину $\lg \varepsilon_i$:

$$\varepsilon_{424 \text{ нм}} = \frac{D_{424 \text{ нм}}}{C \cdot l} = \frac{1,05}{5 \cdot 10^{-3} \cdot 1} = 210 \Rightarrow \lg \varepsilon_{424 \text{ нм}} = 2,32,$$

$$\varepsilon_{603 \text{ нм}} = \frac{D_{603 \text{ нм}}}{C \cdot l} = \frac{0,80}{5 \cdot 10^{-3} \cdot 1} = 160 \Rightarrow \lg \varepsilon_{603 \text{ нм}} = 2,20.$$

Полученные значения $\lg \varepsilon_i$ близки ($\pm 0,1$) к представленным в атласе спектров (рис. 18, б; $\lg \varepsilon_{430 \text{ нм}} = 2,37$; $\lg \varepsilon_{613 \text{ нм}} = 2,25$) при практически тех же длинах волн поглощения, что *может* свидетельствовать о достаточной чистоте и индивидуальности полученного продукта.

2.5.2. ИК-спектроскопия

ИК-спектры регистрируют переходы между колебательными уровнями (интервал между уровнями $10^{-2}-1$ эВ, длины волн электромагнитного излучения лежат в интервале 10^5-10^3 нм). Метод ИК-спектроскопии основан на воздействии электромагнитного излучения определенной частоты (обычно от 400 до 4000 см^{-1}) на молекулярную систему. Хотя ИК-спектр является характеристикой всей молекулы, оказывается, что некоторые группы атомов имеют полосы поглощения при определенной частоте независимо от структуры остальной части молекулы. Эти полосы, которые называют *характеристическими*, несут информацию о структурных элементах молекулы. В ИК-спектроскопии различают следующие виды колебаний:

– *валентные* (обозначают символом ν) – колебания вдоль линии связи (при этом происходит изменение расстояния между атомами по оси связи);

– *деформационные* (обозначают символом δ) – колебания, обусловленные изменением углов между связями.

Валентные и деформационные колебания могут быть *симметричными* (ν_s и δ_s) и *антисимметричными* (ν_{as} и δ_{as}). В то же время деформационные колебания часто подразделяются на *ножничные* (δ_s), *маятниковые* (ρ), *вверные* (ω), *крутильные* (τ) и др.

Рассмотрим типы перечисленных выше колебаний на примере координированной молекулы воды (рис. 19). При симметричном валентном колебании (ν_s) в молекуле H_2O все связи О–Н одновременно сжимаются или растягиваются. При асимметричном валентном колебании (ν_{as}) одна связь О–Н растягивается, в то время как другая связь сжимается.

Аналогичные молекулярные движения происходят в случае деформационных колебаний, однако поскольку в этом случае речь идет об изменении уг-

лов между связями, то такие движения происходят в различных плоскостях молекулы (см. также статью «Инфракрасная спектроскопия» в свободной энциклопедии «Википедия»: <https://ru.wikipedia.org>).

ИК-спектры записывают в виде кривой, отражающей зависимость относительной интенсивности прошедшего через вещество излучения в процентах пропускания (%) от волнового числа (см^{-1}). Любой спектр содержит линии разной относительной интенсивности, зависящей от полярности связей и заселенности колебательных состояний. При интерпретации ИК-спектров условно различают:

- *полосы очень высокой интенсивности* (их обозначают «оч. с.» – очень сильные);
- *сильноинтенсивные полосы* (их обозначают «с.» – сильные);
- *полосы средней интенсивности* (их обозначают «ср.» – средние);
- *малоинтенсивные полосы* (их обозначают «сл.» – слабые).

Обычно полярные группировки атомов разной электроотрицательности ($\text{C}=\text{O}$, $\text{N}=\text{O}$, $\text{S}=\text{O}$ и т. п.) характеризуются очень высокой интенсивностью полос поглощения валентных колебаний. В то же время кратные связи между одинаковыми атомами ($\text{C}=\text{C}$, $\text{N}=\text{N}$ и др.), как правило, имеют средние или слабые полосы валентных колебаний.

Некоторые полосы поглощения могут проявляться в спектре в довольно широком диапазоне волновых чисел и не иметь четкого максимума. Такие полосы при интерпретации отмечают в виде «ш.» (*широкая полоса*).

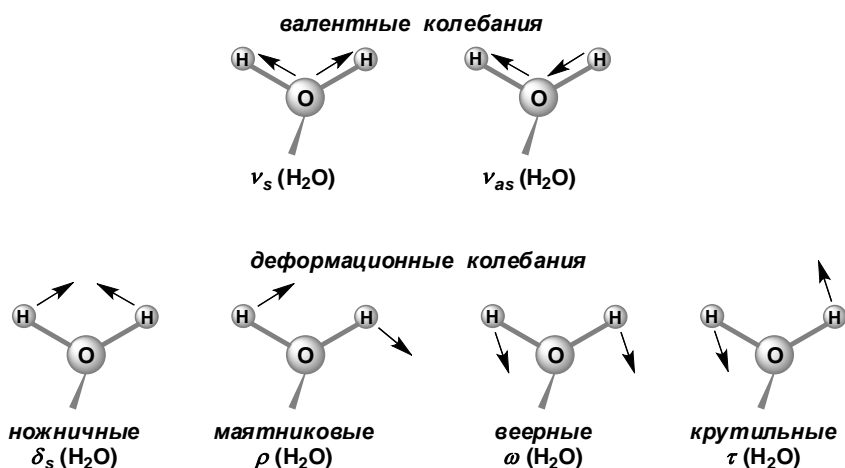


Рис. 19. Виды основных колебаний в ИК-спектроскопии

При анализе ИК-спектров определяют волновые числа минимумов пропускания (максимумов поглощения) и сравнивают с соответствующими данными, приведенными в атласе ИК-спектров или оригинальной литературе, где приведены в том числе и отнесения полос к определенным группам атомов и типам колебаний. Полученные данные представляют в виде табл. 6.

Таблица 6

Сопоставление литературных и экспериментальных данных ИК-спектров

Положения максимумов полос поглощения (см^{-1}) и их относительная интенсивность		Отнесение полос
литературные данные	экспериментальные данные	

Проведем интерпретацию ИК-спектра комплексного соединения $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, зарегистрированного в таблетках с КВг в области $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$ (рис. 20). В ИК-спектре этого вещества мы наблюдаем набор характеристичных полос, которые подтверждают наличие различных функциональных групп.

В области $3500\text{--}3000\text{ см}^{-1}$ присутствует широкая полоса поглощения с максимумами средней интенсивности при 3300 , 3230 и 3150 см^{-1} , соответствующими валентным колебаниям связей координированных молекул аммиака ($\nu(\text{N-H})$) и молекул кристаллизационной воды ($\nu(\text{O-H})$). Присутствие молекул аммиака и воды в составе соединения подтверждается также нали-

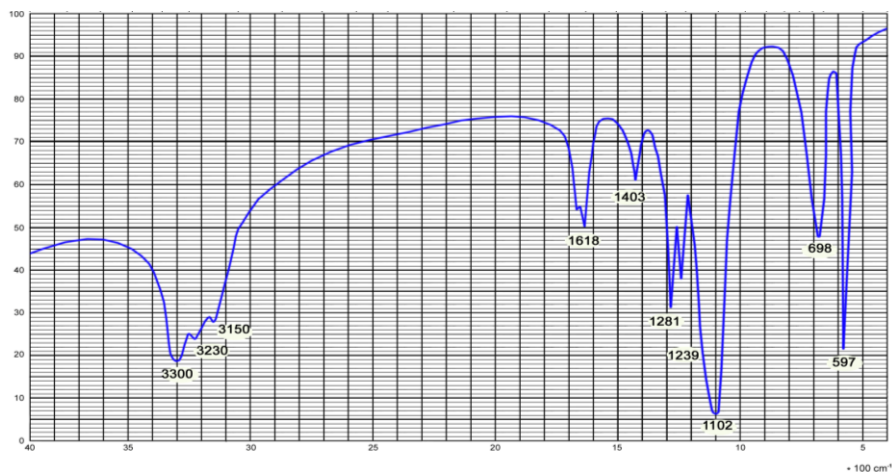


Рис. 20. ИК-спектр соединения $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

чем полос поглощения средней и сильной интенсивности, относящихся к деформационным колебаниям с максимумами (см^{-1}): 1618 ($\delta(\text{NH}_3)$, $\delta(\text{H}_2\text{O})$), 1281 и 1239 ($\delta_s(\text{NH}_3)$), 698 ($\rho(\text{NH}_3)$).

Присутствие во внешней сфере комплексного соединения сульфат-ионов подтверждается наличием полос поглощения очень высокой интенсивности с максимумами при 1102 ($\nu(\text{S}=\text{O})$) и 597 см^{-1} ($\delta(\text{SO}_4^{2-})$).

Помимо перечисленных выше полос поглощения в ИК-спектре данного образца присутствует также малоинтенсивный сигнал при 1403 см^{-1} , который отсутствует в эталонном спектре из атласа. Наличие этой полосы указывает нам на присутствие какой-то примеси в полученном продукте. Анализируя методику синтеза $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ можно предположить, что такой примесью является соль аммония (вероятнее всего – сульфат аммония). В атласе ИК-спектров нет спектра $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, однако для того, чтобы посмотреть полосы поглощения катиона аммония, можно воспользоваться спектром любого вещества, содержащего NH_4^+ . Такими веществами могут быть, например, $(\text{NH}_4)_2[\text{SnCl}_6]$, $(\text{NH}_4)_2[\text{ZnCl}_4]$ или $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ИК-спектры которых приводятся в атласе. Действительно, в спектрах всех этих веществ в области $\sim 1400 \text{ см}^{-1}$ присутствует полоса $\delta_s(\text{NH}_4^+)$.

Таким образом, полученное соединение по данным ИК-спектроскопии соответствует составу $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ и содержит небольшое количество сульфата аммония, образовавшегося при синтезе целевого продукта. В лабораторном журнале при оформлении отчета необходимо привести следующие данные:

<i>Положения максимумов полос поглощения (см^{-1}) и их относительная интенсивность</i>		<i>Отнесение полос</i>
<i>литературные данные</i>	<i>экспериментальные данные</i>	
3311, 3238, 3152 (ш. ср.)	3300, 3230, 3150 (ш. ср.)	$\nu(\text{N-H})$, $\nu(\text{O-H})$
1603 (ср.)	1618 (ср.)	$\delta(\text{NH}_3)$, $\delta(\text{H}_2\text{O})$
1404 (оч. с. для $(\text{NH}_4)_2[\text{SnCl}_6]$)	1403 (сл.)	$\delta_s(\text{NH}_4^+)$
1265, 1235 (с.)	1281, 1239 (с.)	$\delta_s(\text{NH}_3)$
1108 (оч. с.)	1102 (оч. с.)	$\nu(\text{S}=\text{O})$
711 (с.)	698 (с.)	$\rho(\text{NH}_3)$
616 (оч. с.)	597 (оч. с.)	$\delta(\text{SO}_4^{2-})$

2.5.3. Спектроскопия ЯМР

Среди различных видов спектроскопии метод ЯМР позволяет получить наиболее полную информацию о строении молекул в растворе или твердой фазе. Спектры ЯМР регистрируют переходы между спиновыми состояниями ядра (интервал между энергетическими уровнями порядка 10^{-8} эВ, длина волны электромагнитного излучения около 10^{10} нм).

Метод ЯМР основан на взаимодействии ядер, обладающих магнитным моментом, с внешним магнитным полем. Практически для каждого элемента Периодической системы существует один или несколько изотопов, ядра которых обладают магнитным моментом. Такие ядра содержат нечетное количество протонов и/или нейтронов. Например, ^{12}C содержит 6 протонов и 6 нейтронов и не обладает магнитным моментом, но изотоп ^{13}C содержит 7 нейтронов и уже может быть исследован методом ЯМР. В качестве примеров других изотопов, пригодных для метода ЯМР, можно привести ^1H , ^{19}F , ^{29}Si , ^{31}P , ^{195}Pt и др.

При помещении ядра в магнитное поле возникают два энергетически неравноценных состояния: магнитный момент ядра направлен вдоль внешнего магнитного поля и против него (эффект Зеемана). Таким образом, действуя на образец дополнительным радиочастотным полем и вызывая переход ядра из одного состояния в другое, мы получаем спектр ядерного магнитного резонанса. Данный метод является чрезвычайно чувствительным по отношению к окружению атома. Электроны, окружающие ядро, частично экранируют его от внешнего магнитного поля. В результате, в зависимости от того, какова электронная плотность вокруг ядра, оно по-разному реагирует на дополнительное радиочастотное поле, осуществляя переход из одного спинового состояния в другое при разных частотах.

Положения сигналов в спектрах ЯМР (δ) характеризуются величинами миллионных долей («м. д.» или в англоязычном варианте «ppm»). Эта величина шкалы является безразмерной и определяется следующим образом:

$$\delta = \frac{\nu_{\text{сигн.}} - \nu_{\text{станд.}}}{\nu_{\text{станд.}}},$$

где $\nu_{\text{сигн.}}$ – резонансная частота сигнала вещества, а $\nu_{\text{станд.}}$ – резонансная частота сигнала стандарта. Выбор такой шкалы обусловлен очень малой разницей между $\nu_{\text{сигн.}}$ и $\nu_{\text{станд.}}$ и необходимостью сравнивать спектры, полученные на спектрометрах с различными магнитами, т. к. резонансная частота ядра зависит от силы магнитного поля, в которое оно помещено.

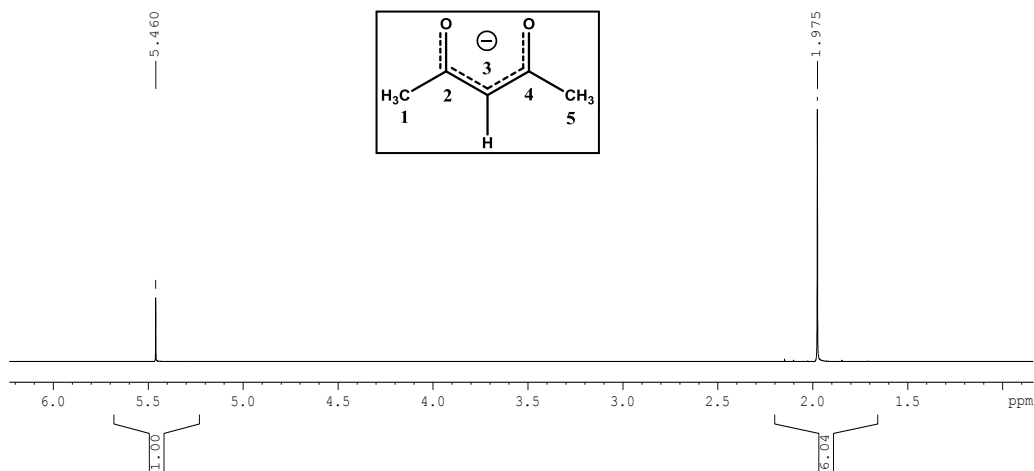


Рис. 21. Спектр ЯМР ^1H раствора $\text{Al}(\text{Acac})_3$ в CDCl_3 и структурная формула ацетилацетонат-аниона

Отнесение сигналов в спектре ЯМР к конкретному атому в структурной формуле обычно производят на основании справочных данных, а также учитывая интегральную интенсивность (суммарную площадь под наблюдаемым пиком) каждого сигнала. Интегральная интенсивность каждого из сигналов в спектрах ЯМР, как правило, пропорциональна числу ядер, участвующих в поглощении энергии радиочастотного поля, т. е. спектр ЯМР обычно показывает не только число групп химически неэквивалентных ядер, но и относительное количество ядер в каждой из этих групп*.

В качестве примера для интерпретации рассмотрим спектр ЯМР ^1H (ПМР) раствора трис(ацетилацетонато)алюминия $\text{Al}(\text{Acac})_3$ в дейтерохлороформе CDCl_3 .

Комплексное соединение $\text{Al}(\text{Acac})_3$ – симметричная нейтральная частица ($\text{KЧ}(\text{Al}) = 6$, характерный полиэдр – октаэдр) и все ацетилацетонат-анионы идентичны друг другу. В каждом из ацетилацетонат-ионов содержится два типа структурно неэквивалентных атомов водорода (его струк-

* Соотношение интегральных интенсивностей (суммарных площадей под пиками) в спектрах ЯМР иногда может отличаться от соотношения количества атомов в химически неэквивалентных группах по различным причинам, однако такие случаи не рассматриваются в данном пособии и более подробно обсуждаются на старших курсах.

турная формула приведена сверху на рис. 21; пронумерованы атомы углерода):

– шесть атомов водорода у атомов C^1 и C^5 метильных (CH_3-) групп;

– один атом водорода у атома C^3 группы CH .

У атомов углерода C^2 и C^4 карбонильных групп нет атомов водорода.

Таким образом, соотношение интегральных интенсивностей сигналов атомов водорода в спектре ЯМР 1H в комплексе $Al(acac)_3$ должно быть 1 : 6.

В зарегистрированном спектре ЯМР 1H (см. рис. 21) наблюдается два сигнала при $\sim 5,5$ и $\sim 2,0$ м. д. Учитывая соотношение интегральных интенсивностей (их значения приведены снизу под шкалой м. д.) этих сигналов 1 : 6, можно однозначно отнести сигнал с $\delta = 5,46$ м. д. к атому водорода группы C^3H , а сигнал с $\delta = 1,98$ м. д. к атомам водорода метильных групп (C^1H_3 и C^5H_3).

В завершение отметим, что ни один из представленных в этом разделе методов по-отдельности не может дать полную информацию о составе и строении полученного соединения или примеси к нему. Только совокупность этих и других доступных для химика методов может дать полную картину, характеризующую выделенное соединение.

Глава 3. Приготовление растворов и определение их концентраций методом титрования

3.1. Приготовление растворов заданной концентрации

Растворы определенной концентрации можно приготовить следующими методами: из фиксаналов, растворением известной навески твердого вещества в определенной массе или объеме растворителя или раствора, разбавлением концентрированных растворов.

Фиксанал (стандарт-титр) – точно отмеренное количество реактива, содержащееся в запаянной ампуле и предназначенное для быстрого приготовления раствора с заранее известной концентрацией.

Растворы, приготовленные из фиксаналов, можно использовать в качестве стандартных. Растворы, приготовленные другими способами, не дают такой точности, т. к. многие вещества, из которых готовят растворы, не являются химически чистыми. Например, серная кислота всегда содержит воду, гидроксид натрия – гигроскопическую воду и карбонат натрия вследствие поглощения углекислого газа из воздуха и т. д.

3.1.1. Приготовление раствора HCl из фиксанала

В мерную колбу 1 объемом 1 л (рис. 22) вставить химическую воронку 2 и поместить в нее боек 3. Ампула 4 имеет углубления с двух сторон. Сухую, тщательно вымытую ампулу слегка ударить углублением об острый бойка, а вторым бойком 3' пробить верхнее отверстие и дать содержимому ампулы полностью вылиться. Затем, не изменяя положения ампулы, тщательно промыть ее изнутри дистиллированной водой из промывалки 6. Для промывания рекомендуется не менее чем пятикратный (по отношению к объему ампулы) объем воды. Затем довести объем раствора дистиллированной водой до метки 5 и тщательно перемешать, закрыв колбу пробкой и перевернув ее вверх дном и обратно несколько раз. Приготовленный 0,1 М раствор используют в следующих работах.

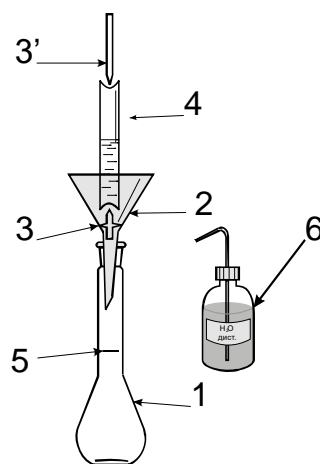


Рис. 22. Приготовление раствора из фиксанала

3.1.2. Приготовление раствора NaOH из твердого вещества

Рассчитать массу твердого NaOH, которая необходима для приготовления 250 мл 0,1 М раствора щелочи. Взвесить рассчитанную навеску с точностью до 0,01 г.

Дистиллированную воду налить в мерную колбу, заполнив примерно треть ее объема. Перенести в колбу через воронку навеску щелочи. Остатки вещества в стаканчике для взвешивания и в воронке смыть водой в колбу. Перемешивая содержимое колбы, добиться полного растворения щелочи. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и еще раз тщательно перемешать. Приготовленный 0,1 М раствор используется в следующих работах.

3.1.3. Приготовление раствора H₂SO₄ разбавлением более концентрированного раствора

Рассчитать объем 20 %-го раствора H₂SO₄ ($\rho = 1,14$ г/мл), который необходим для приготовления 250 мл 0,1 М раствора H₂SO₄.

В мерную колбу налить примерно третью часть объема дистиллированной воды и отмеренный цилиндром рассчитанный объем 20 %-го раствора H₂SO₄. Перемешать раствор и довести объем дистиллированной водой до метки. Снова перемешать. Использовать приготовленный раствор в следующих работах.

3.2. Определение концентрации растворов методом титрования

В настоящей работе предлагается методом кислотно-основного титрования определить точные концентрации приготовленных в предыдущей работе 0,1 М растворов NaOH и H₂SO₄.

В качестве первичного стандарта для определения концентрации NaOH следует использовать раствор HCl, приготовленный ранее из фиксанала. Концентрацию H₂SO₄ можно определить, оттитровав ее раствором NaOH известной концентрации.

К аликвоте исследуемого раствора, взятой пипеткой Мора, добавить из бюретки стандартный раствор, по которому определяется концентрация исследуемого раствора. Момент нейтрализации устанавливают по изменению окраски индикатора (фенолфталеина, метилового оранжевого и др.).

Для увеличения точности определения концентрации растворов титрование необходимо провести не менее трех раз и взять средний результат.

3.2.1. Определение концентрации раствора NaOH

Заполнить бюретку 1 (рис. 23) раствором 0,1 М HCl, приготовленным ранее из фиксанала. Вначале бюретку заполнить немного выше деления, принятого за начало отсчета, а затем избыток раствора слить в стаканчик 3. Для этого большим и указательным пальцами сжимают эластичную трубку на клапане-бусинке 2. При этом необходимо следить, чтобы в носике бюретки не было пузырьков воздуха, влияющих на точность измерения. При наличии пузырьков воздуха в носике бюретки их необходимо удалить и лишь затем приступить к титрованию.

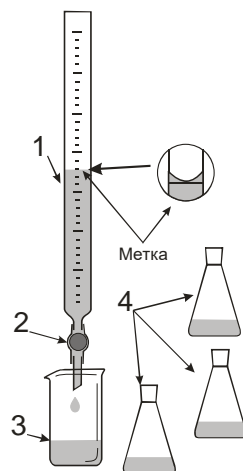


Рис. 23. Установка для титрования
1 – бюретка; 2 – клапан-бусинка;
3 – стаканчик; 4 – конические колбы

Взять приготовленный ранее 0,1 М раствор NaOH. Отобрать пипеткой Мора три пробы по 10 мл в три конические колбы 4, добавить в каждую из них по 2–3 капли фенолфталеина.

Провести титрование раствора NaOH соляной кислотой, добавляя ее по каплям и непрерывно перемешивая. Для этого колбу нужно держать пальцами одной руки, а клапан-бусинку открывать другой рукой. Окончание титрования определяется по исчезновению окраски фенолфталеина от последней добавленной капли раствора HCl. Отметить показания бюретки по нижнему мениску жидкости (см. рис. 23), который должен соответствовать уровню метки. Снова заполнить бюретку 0,1 М раствором HCl и повторить титрование щелочи, находящейся во второй, а затем в третьей колбах.

Результаты титрования занести в табл. 7 и рассчитать среднюю величину точной молярной концентрации раствора NaOH.

Таблица 7

Определение концентрации NaOH методом титрования HCl

№ опыта	$V(\text{NaOH}), \text{мл}$	$V(\text{HCl}), \text{мл}$	$C(\text{NaOH}), \text{моль/л}$
1			
2			
3			

3.2.2. Определение концентрации раствора H_2SO_4

Взять приготовленный ранее 0,1 М раствор H_2SO_4 .

Отобрать пипеткой Мора три пробы по 5 мл H_2SO_4 в три конические колбы, добавить по ~25 мл воды и по 2–3 капли индикатора метилового оранжевого, который в растворе кислоты имеет розовую окраску.

Бюретку заполнить раствором $NaOH$, точная концентрация которого была определена в предыдущем опыте.

Провести титрование раствора H_2SO_4 раствором $NaOH$ так же, как было описано выше.

Результаты титрования занести в табл. 8 и рассчитать среднюю величину точной молярной концентрации раствора H_2SO_4 .

Таблица 8

Определение концентрации H_2SO_4 методом титрования щелочью

№ опыта	$V(H_2SO_4)$, мл	$V(NaOH)$, мл	$C(H_2SO_4)$, моль/л
1			
2			
3			

Приготовленные растворы HCl и $NaOH$ с определенной концентрацией сохранить для лабораторной работы по ионным равновесиям (с. 91).

Глава 4. Методы очистки веществ

4.1. Очистка твердых веществ

Очистка растворимых солей методом перекристаллизации

Очистка перекристаллизацией основана на изменении растворимости вещества с изменением температуры. *Растворимость* – это содержание вещества (его концентрация) в насыщенном растворе. Она обычно выражается в граммах растворенного вещества на 100 г растворителя. У большинства веществ растворимость с повышением температуры возрастает. Для перекристаллизации вещество растворяют в подходящем растворителе при повышенной температуре. Нерастворимые примеси отфильтровывают. При последующем понижении температуры раствор становится *пересыщенным* и происходит выделение осадка очищаемого вещества.

Если вещество содержало малые количества других растворимых веществ (примесей), насыщение относительно последних не будет достигнуто при понижении температуры смеси, поэтому они не выпадут в осадок вместе с кристаллами очищаемого вещества. Если очищаемое вещество имеет большую растворимость и при низкой температуре, то его можно выделить из раствора добавлением органических растворителей, например, спирта, т. к. в водно-органических растворах растворимость многих веществ уменьшается.

Ничтожные количества примесей механически могут увлекаться кристаллами осадка, но при повторных перекристаллизациях можно получить практически чистое вещество. Кроме того, эти ничтожные примеси можно удалить промыванием кристаллов растворителем после отделения их от маточного раствора (фильтрата).

4.1.1. Хлорид калия

Используя справочные данные по растворимости KCl (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу соли, необходимые для приготовления 80 г насыщенного при 60 °С раствора. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанный объем воды и перелить ее в стакан с солью. Растворить KCl при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке почти до кипения. Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор быстро профильтровать через складчатый фильтр, используя воронку для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в фарфоровую чашку, поста-

вить на водяную баню и упарить до половины начального объема. Затем раствор охладить до комнатной температуры.

Образовавшиеся кристаллы отфильтровать под уменьшенным давлением на воронке Бюхнера, промыть 1–2 мл охлажденной дистиллированной воды. Перекристаллизованную соль высушить в сушильном шкафу при 60 °С.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному раствору добавить 2–3 капли раствора $BaCl_2$ для определения примеси сульфатов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции.

4.1.2. Дихромат калия

Используя справочные данные по растворимости $K_2Cr_2O_7$ (приложение 2, с. 133), рассчитать массу соли и объем воды, которые необходимо взять для получения 50 г насыщенного при 60 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный дихромат калия. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды и перелить ее в стакан с дихроматом калия. Растворить $K_2Cr_2O_7$ при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 60 °С. Для отделения нерастворимых примесей горячий раствор быстро профильтровать через складчатый фильтр с использованием воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл, охладить вначале до комнатной температуры, а затем до 3–5 °С.

Образовавшиеся кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть ~5 мл ледяной воды и перенести в тарированную чашку Петри. Высушить вещество в сушильном шкафу при 120 °С в течение 30 мин. Охладить чашку Петри с кристаллами до комнатной температуры и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному

раствору добавить 3–4 капли концентрированной соляной кислоты (для чего?) и 2–3 капли раствора хлорида бария. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат, также предварительно подкислив его. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции.

4.1.3. Пентагидрат сульфата меди(II)

Используя справочные данные по растворимости $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу медного купороса, необходимые для приготовления 50 г насыщенного при 80 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный медный купорос. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды и перелить ее в стакан с медным купоросом. Растворить соль при перемешивании раствора стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 80 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро отфильтровать от нерастворимых примесей через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и охладить сначала до комнатной температуры, а затем до ~0 °С в бане со льдом.

Образовавшиеся сине-голубые кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть сначала ~5 мл ледяной воды, затем ~5 мл спирта и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Поместить в сухую пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и нагреть его в пламени спиртовки. Что наблюдается? Написать уравнение реакции.

4. Поместить в пробирку немного очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К полученному раствору добавить 2–3 капли раствора нитрата серебра для определения примеси хлорид-ионов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции. Содержимое пробирок слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирки водой и снова слить в эту же склянку.

4.1.4. Гептагидрат сульфата железа(II)

Используя справочные данные по растворимости $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу кристаллогидрата сульфата железа(II), которые необходимо взять, чтобы приготовить 40 г насыщенного при 50 °С раствора. Растереть в ступке загрязненный железный купорос. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды, перелить ее в стакан с железным купоросом и добавить 4–5 капель концентрированной серной кислоты (*для чего?*). Растворить соль при перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на электроплитке до 50 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро отфильтровать от нерастворимых примесей через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и охладить его до комнатной температуры. К охлажденному фильтрату при перемешивании стеклянной палочкой небольшими порциями (по 5–10 мл) прилить 50 мл этанола.

Образовавшиеся светло-зеленые кристаллы гептагидрата сульфата железа(II) отфильтровать на воронке Бюхнера, дважды промыть порциями по ~5 мл спирта и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.
2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.
3. Проверить наличие ионов Fe^{3+} в фильтрате и очищенной соли. Для этого немного очищенного вещества растворить в ~1 мл дистиллированной воды и прилить несколько капель раствора роданида аммония. Аналогично проанализировать фильтрат. Что наблюдается в каждом из опытов? Написать уравнение реакции.

4.1.5. Пентагидрат тиосульфата натрия

Используя справочные данные по растворимости $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (приложение 2, с. 133), рассчитать объем воды и массу кристаллогидрата тиосульфата натрия, которые необходимо взять, чтобы приготовить 50 г насыщенного при 45 °С раствора. Взвесить рассчитанное количество соли, поместить навеску в стакан объемом 50 мл и прилить необходимый объем дистиллированной воды, отмеренный с помощью цилиндра. Растворить соль при

перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане до 45 °С. Горячий насыщенный раствор соли быстро профильтровать через складчатый фильтр. Фильтрат собрать в стакан объемом 50 мл и охладить его до 0 °С в кристаллизаторе со льдом при перемешивании стеклянной палочкой.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть сначала ~5 мл спирта, а затем таким же количеством эфира и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Используя нагревательный столик «Бозциус», определить температуру плавления очищенного вещества. Сравнить полученное значение со справочной величиной ($T_{пл.} = 48,5$ °С). Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?

4. Проверить наличие сульфат-ионов в фильтрате и очищенной соли. Для этого немного (на кончике шпателя) очищенного вещества растворить в ~1 мл дистиллированной воды и добавить 2–3 капли раствора $BaCl_2$. Аналогично проанализировать фильтрат. Что наблюдается? Написать уравнение реакции.

4.1.6. Декагидрат карбоната натрия

Используя справочные данные по растворимости $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ (приложение 2, с. 133), рассчитать массу кристаллогидрата карбоната натрия и объем воды, необходимые для приготовления 50 г насыщенного при 30 °С раствора. Взвесить рассчитанное количество соли, поместить навеску в стакан объемом 100 мл и прилить необходимый объем дистиллированной воды, отмеренный с помощью цилиндра. Растворить соль при перемешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане до 35 °С.

Если раствор непрозрачный, его необходимо профильтровать с помощью воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и, периодически перемешивая стеклянной палочкой, охладить вначале до комнатной температуры, а затем до 0 °С в кристаллизаторе со льдом.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть 2–3 мл ледяной дистиллированной воды. Кристаллы отжать между листами фильтровальной бумаги. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Проверить наличие хлорид- и сульфат-ионов в фильтрате и очищенной соли. Для этого в две пробирки внести немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~0,5 мл дистиллированной воды. В обе пробирки осторожно по каплям добавить раствор азотной кислоты (для чего?) до прекращения выделения газа. Затем в первую пробирку добавить 2–3 капли раствора AgNO_3 , во вторую – столько же раствора BaCl_2 . Аналогично проанализировать фильтрат, также предварительно подкислив его до прекращения выделения газа. Что наблюдается в каждом из опытов? Написать уравнения реакций. Содержимое пробирок, в которых проводили опыты с AgNO_3 , слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирку водой и снова слить в эту же склянку.

4.1.7. Додекагидрат сульфата калия-алюминия (алюмокалиевые квасцы)

Используя справочные данные по растворимости $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (приложение 2, с. 133), рассчитать массу кристаллогидрата и объем воды, необходимые для приготовления 40 г насыщенного при 80 °С раствора. Растереть в ступке загрязненные квасцы. Взвесить рассчитанное количество соли и поместить навеску в стакан объемом 100 мл. Отмерить цилиндром рассчитанное количество воды, перелить ее в стакан с квасцами и добавить 1–2 капли концентрированной серной кислоты (для чего?). При перемешивании стеклянной палочкой нагреть раствор на электроплитке почти до кипения. Горячий раствор соли быстро профильтровать с помощью воронки для горячего фильтрования. Фильтрат собрать в стакан объемом 100 мл и, периодически перемешивая стеклянной палочкой, охладить его вначале до комнатной температуры, а затем до 0 °С в кристаллизаторе со льдом.

Образовавшиеся прозрачные бесцветные кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть 2–3 мл ледяной дистиллированной воды. Кри-

сталлы отжаты между листами фильтровальной бумаги. Вещество считается высушенным, если его кристаллы не прилипают к стеклянной палочке. Высушенное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески соли.

2. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

3. Используя нагревательный столик «Бозциус», определить температуру плавления очищенного вещества. Сравнить полученное значение со справочной величиной ($T_{пл.} = 92,5 \text{ }^\circ\text{C}$). Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?

4. Поместить в пробирку немного (на кончике шпателя) очищенного вещества и растворить его в ~1 мл дистиллированной воды. К раствору добавить 2–3 капли раствора AgNO_3 для определения примеси хлорид-ионов. Аналогично проанализировать на наличие примесей фильтрат. Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции. Содержимое пробирок слить в склянку с надписью «Слив серебра», промыть пробирки водой и снова слить в эту же склянку.

Очистка веществ методом сублимации

Сублимация (возгонка) – переход твердого вещества в газообразное состояние, минуя жидкую фазу. Сублимация может быть использована для очистки веществ, обладающих значительным давлением насыщенного пара при температуре ниже температуры его плавления (например, иода, иодида сурьмы(III), иодида олова(IV) и др.). Используя способность ряда веществ возгоняться, легко получить их в чистом виде, если примеси не возгоняются.

4.1.8. Очистка иода

На дно сублиматора (рис. 24) поместить 1,0 г кристаллического иода и пару кристаллов иодида калия. Подключить охлаждающую часть сублиматора к водопроводной системе и нагревать пламенем спиртовки дно сублиматора. Нагревание проводят до полной сублимации иода. После окончания возгонки кристаллы очищенного иода аккуратно перенести в тарированный бюкс и взвесить.

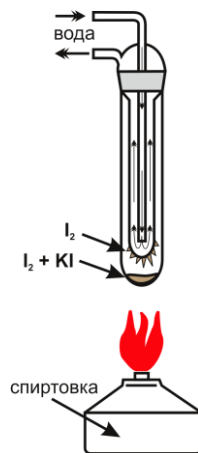


Рис. 24. Сублиматор

Вопросы и задания

1. Рассчитать выход очищенного вещества в процентах по отношению к массе исходной навески иода.

2. Какие вещества и от каких примесей можно очистить методом сублимации?

3. Зачем при очистке иода методом сублимации добавляют иодид калия?

4.2. Очистка жидких веществ

Одним из основных способов очистки жидкостей является перегонка (дистилляция), основанная на превращении жидкости в пар с последующей конденсацией пара в жидкость при его охлаждении.

Жидкость закипает, когда давление ее пара становится равным внешнему давлению. Чистое вещество при заданном постоянном давлении кипит при строго определенной температуре. *Температура кипения является характеристикой чистоты жидкого вещества.* Обычно в справочниках указывают температуру кипения жидкого вещества ($T_{\text{кип.}}$) при стандартном давлении, равном 760 мм рт. ст. (т. е. при 1 атм). В отличие от индивидуальных жидкостей, жидкие растворы (или смеси жидких веществ) кипят при различных температурах, зависящих главным образом от состава растворов.

4.2.1. Очистка воды

Собрать установку для перегонки жидкостей при атмосферном давлении (рис. 25). В круглодонную колбу 3 емкостью 500 мл налить примерно до половины объема водопроводную воду, содержащую немного медного купороса. На дно колбы поместить кусочки пористой керамики («кипелки»). Укрепить перегонную колбу в лапке штатива 4 над колбонагревателем 2, расположенном на подъемном столике 1. В колбу вставить насадку Вюрца 5 и термометр 6. Для правильного определения температуры кипения жидкости конец термометра должен находиться напротив бокового отвода насадки Вюрца.

В другом штативе закрепить холодильник 7 с присоединенными к нему шлангами, с помощью которых холодильник подключают к водопроводной системе. *Водопроводная вода должна поступать в холодильник снизу вверх!*

Соединить холодильник с приемником 10 посредством аллонжа 8. Хлоркальциевую трубку 9 заполнить натронной известью (смесь оксида кальция и гидроксида натрия), для этого в шарик трубки поместить немного ваты, затем кусочки натронной извести, затем снова немного ваты. Присоединить заполненную хлоркальциевую трубку к аллонжу с помощью неболь-

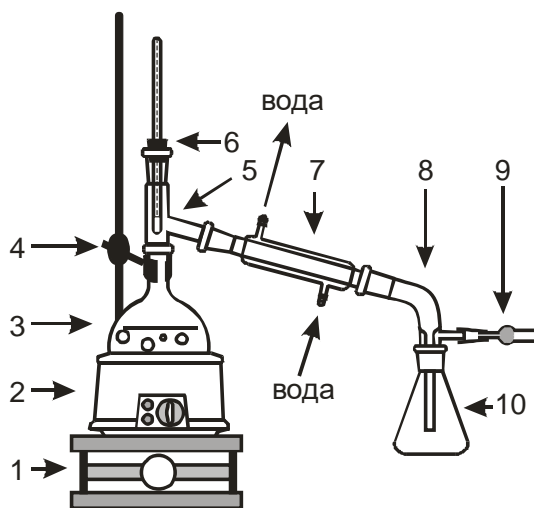


Рис. 25. Установка для перегонки жидкостей при атмосферном давлении
 1 – подъемный столик; 2 – колбонагреватель; 3 – круглодонная колба; 4 – штатив;
 5 – насадка Вюрца; 6 – термометр; 7 – холодильник; 8 – аллонж;
 9 – хлоркальциевая трубка; 10 – колба-приемник

шого отрезка шланга. Осторожно открывая водопроводный кран, заполнить холодильник водой и отрегулировать ее ток. После того как прибор собран, нагреть с помощью колбонагревателя очищаемую воду до кипения.

Отогнать в приемник 15–20 мл жидкости («предгон») и вылить ее. Затем присоединить к установке другую колбу-приемник и продолжить перегонку.

Записать в лабораторном журнале температуру, при которой шла перегонка основной порции воды, величину атмосферного давления и соответствующую этому давлению температуру кипения чистой воды (найти в литературе).

После того как в колбе-приемнике соберется ~50 мл жидкости, нагревание перегонной колбы прекратить, выключив колбонагреватель и опустив подъемный столик. Отсоединить от аллонжа колбу-приемник и закрыть ее пробкой.

Определить электропроводность исходной очищаемой воды и собранного дистиллята. Сравнить полученные величины удельной электропроводности. Сделать вывод об эффективности очистки воды таким способом.*

* Информация об электропроводности изложена в разделе 2.3, с. 39; инструкция по ее измерению на приборе «Анион» приведена в приложении 1, с. 130.

Примечание: тщательно очищенная вода, хранящаяся в кварцевой посуде (без доступа углекислого газа), при 25 °С имеет удельную электропроводность $\chi = 6,33 \cdot 10^{-8} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$.

Вопросы

1. От каких примесей вода может быть очищена таким методом?
2. Для чего хлоркальциевая трубка заполняется натронной известью?
3. Зачем используется пористая керамика («кипелки»)?
4. Является ли температура конденсации характеристикой чистоты вещества? От какого параметра зависит величина $T_{\text{кип}}$ чистой жидкости?

4.2.2. Очистка соляной кислоты

Соляная кислота может быть загрязнена ионами тяжелых металлов, серной кислотой и др. примесями. Очистить такой раствор от примесей можно перегонкой, однако в этом случае перегоняется *азеотропная смесь*, содержащая 20,24 масс. % хлороводорода. Плотность такого раствора составляет 1,1 г/см³, температура кипения 108 °С при давлении 1 атм.

Для азеотропных растворов при определенной концентрации наблюдается постоянная температура кипения (при постоянном внешнем давлении). При этом составы раствора и пара одинаковы и остаются неизменным в процессе перегонки.

Для очистки раствора соляной кислоты *в вытяжном шкафу* собрать установку для перегонки при атмосферном давлении (см. рис. 25, с. 64), *не используя хлоркальциевую трубку 9*. Так же, как и при перегонке воды, присоединить с помощью шлангов холодильник 7 к водопроводной системе и отрегулировать ток воды, подаваемой в холодильник снизу вверх.

Измерить ареометром плотность исходной соляной кислоты, приготовленной для очистки от примесей, и определить ее процентную концентрацию, используя справочные данные (приложение 2, с. 136).

В круглодонную колбу объемом 500 мл налить ~250 мл исходного раствора соляной кислоты. Для перегонки может быть использована, например, ~15 %-ая соляная кислота. Поместить в этот раствор кусочки пористой керамики («кипелки»). Нагреть кислоту до кипения.

Отметить начальную температуру кипения кислоты. Как изменяется температура кипения кислоты по мере перегонки жидкости?

После того как температура кипения жидкости перестанет изменяться, записать величину постоянной температуры кипения и сменить колбу-приемник 10. Отогнать в новый приемник ~100 мл жидкости.

Измерить ареометром плотность перегнанной жидкости и жидкости, оставшейся в перегонной колбе после ее охлаждения. Используя справочные данные (приложение 2, с. 136), определить процентные концентрации этих растворов. Сравнить их между собой и с концентрацией исходного раствора.

Вопросы

1. Равен ли состав пара над жидкостью ее составу в момент кипения?
2. Зачем используется пористая керамика («кипелки»)?
3. Что такое азеотроп?
4. Смесь каких жидкостей нельзя разделить перегонкой?

4.3. Получение и очистка газов

Для получения достаточно больших объемов газов в лаборатории применяют колбу Вюрца или аппарат Киппа. Полученные химическим путем газы часто содержат пары воды, летучие вещества и аэрозольные примеси. Для очистки газов применяют склянки Дрекселя и U-образные трубки, заполненные жидкими и твердыми реагентами.

4.3.1. Получение и очистка хлора

Хлор, получаемый действием соляной кислоты на перманганат калия, содержит мелкие капли (аэрозоль) соляной кислоты, воды и раствора окислителя, увлекаемые из зоны реакции током газа.

Собрать в вытяжном шкафу установку для получения хлора (рис. 26). Коническую колбу 5, закрытую пластиковой пробкой, предварительно взвесить на весах с точностью до 0,01 г. В колбу Вюрца 1, закрепленную в лапке штатива, поместить ~25 г перманганата калия и смочить небольшим количеством воды (~10 мл). В капельную воронку 2 налить концентрированную соляную кислоту не более 2/3 ее объема и закрыть пробкой. Колбу Вюрца соединить последовательно со склянками Дрекселя 3 и Г-образной стеклянной трубкой 4. В первую склянку Дрекселя налить такое количество воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а во вторую – такой же объем концентрированной серной кислоты с таким же погружением трубки. Г-образную стеклянную трубку 4 опустить в коническую колбу 5 объемом 250 мл для сбора хлора и прикрыть отверстие колбы ватой.

Для получения равномерного тока хлора медленно приоткрыть кран капельной воронки и добавлять по каплям концентрированную соляную кислоту к окислителю. Вначале следует создать интенсивный ток хлора для быстрого вытеснения газом воздуха из всех склянок. Когда хлор (желто-зеленый

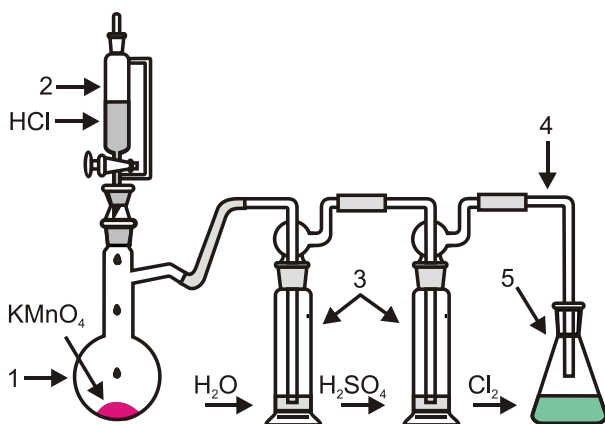


Рис. 26. Установка для получения хлора

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка с противодавлением;
3 – склянки Дрекселя; 4 – Г-образная трубка; 5 – коническая колба

газ) заполнит все склянки, следует установить прохождение газа через склянки Дрекселя со скоростью 2–3 пузырька в секунду.

Пропускать хлор в течение ~10 мин, затем закрыть кран капельной воронки, осторожно извлечь вату и стеклянную трубку 4 из колбы 5, быстро закрыть ее пластиковой пробкой и взвесить. Продолжить пропускание хлора до постоянной массы колбы с газом, закрытой пробкой (*записать все промежуточные данные взвешивания*). Определить объем колбы 5 по объему воды, необходимой для ее полного заполнения до пробки. Отметить температуру и давление воздуха.

Вопросы и задания

1. От каких примесей происходит очистка хлора при пропускании через склянки Дрекселя с водой и концентрированной серной кислотой?

2. Занести экспериментальные данные в табл. 9. Считая собранный газ идеальным, рассчитать молярную массу Cl_2 и сравнить ее с теоретической.

Таблица 9

Определение молярной массы Cl_2

Масса колбы с пробкой и воздухом, г	Масса колбы с пробкой и хлором, г	Объем колбы до пробки, л	Температура воздуха, К	Давление воздуха, атм	Молярная масса хлора, г/моль

4.3.2. Получение и очистка диоксида углерода

В лабораторных условиях диоксид углерода обычно получают действием 20 %-го раствора соляной кислоты на мрамор (CaCO_3) в аппарате Киппа. Получаемый таким образом углекислый газ содержит мелкие капли реакционного раствора (аэрозоля), увлекаемые из зоны реакции током газа.

Собрать в вытяжном шкафу установку для получения и очистки углекислого газа (рис. 27). Сухую коническую колбу 8 с пластиковой пробкой предварительно взвесить на весах с точностью до 0,01 г. В средний резервуар 2 через тубус 4 поместить кусочки мрамора. Затем в тубус вставить пробку с газоотводной трубкой, снабженной краном 5. Кран должен быть открыт для выхода воздуха. Через верхний резервуар 3 с помощью химической воронки налить раствор соляной кислоты, заполнив полностью нижний резервуар 1. После заполнения нижнего резервуара кран 5 закрыть и долить еще столько кислоты, чтобы она заполнила верхний резервуар 3 не больше, чем на 1/3. Трубку с краном соединить последовательно со склянками Дрекселя 6 и Г-образной стеклянной трубкой 7. В первую склянку Дрекселя налить такое количество воды, чтобы трубка погрузилась в жидкость на ~1 см, а во вторую – такой же объем концентрированной серной кислоты с таким же погружением трубки. Г-образную стеклянную трубку 7 опустить в коническую колбу 8 объемом 250 мл для сбора CO_2 и прикрыть отверстие колбы ватой.

Для вытеснения воздуха из всех склянок вначале через них пропускать сильный ток CO_2 (в течение ~5 мин), после чего его можно уменьшить, установив прохождение газа через склянки Дрекселя со скоростью 2–3 пузырька в секунду. Ток образующегося диоксида углерода регулируется краном 5.

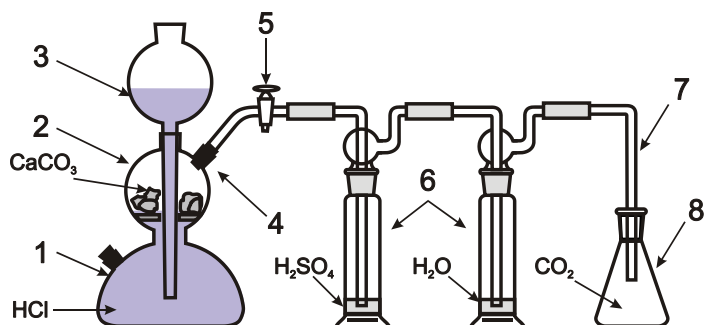


Рис. 27. Установка для получения углекислого газа

- 1, 2, 3 – нижний, средний и верхний резервуары аппарата Киппа соответственно;
4 – тубус аппарата Киппа; 5 – газоотводная трубка с краном; 6 – склянки Дрекселя;
7 – Г-образная трубка; 8 – приемная колба

Еще через ~5 мин закрыть кран 5, осторожно извлечь вату и стеклянную трубку 7 из конической колбы 8, быстро закрыть ее пробкой и взвесить. Продолжить пропускание диоксида углерода до постоянной массы колбы с газом, закрытой пробкой (*записать все промежуточные данные взвешивания*). Определить объем приемной колбы по объему воды, необходимой для ее полного заполнения до пробки. Отметить температуру и давление воздуха.

Вопросы и задания

1. От каких примесей происходит очистка CO_2 при пропускании через склянки Дрекселя с водой и концентрированной серной кислотой?

2. Занести экспериментальные данные в табл. 10. Считая собранный газ идеальным, рассчитать молярную массу CO_2 и сравнить ее с теоретической.

Таблица 10

Определение молярной массы CO_2

Масса колбы с пробкой и воздухом, г	Масса колбы с пробкой и CO_2 , г	Объем колбы до пробки, л	Температура воздуха, К	Давление воздуха, атм	Молярная масса CO_2 , г/моль

4.4. Разделение и очистка неорганических веществ методом ионообменной хроматографии

Ионообменная хроматография на катионообменных смолах (катионитах) основана на обратимом обмене подвижных ионов смолы и катионов металлов. Для разделения катионов металлов в качестве ионообменной колонки (рис. 28) используют бюретку объемом 25 мл с катионообменной смолой КУ-2-8 в H^+ -форме.

При хроматографическом разделении смеси веществ с использованием ионообменной смолы необходимо следить, чтобы над смолой находился слой жидкости 1–2 см. Это необходимо для того, чтобы катионит не содержал пузырьков воздуха, препятствующих контакту раствора со смолой.

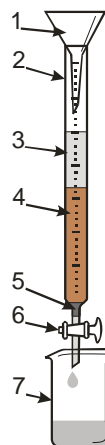


Рис. 28. Хроматографическая колонка

- 1 – воронка; 2 – бюретка;
3 – раствор; 4 – ионообменная смола;
5 – стекловата; 6 – кран; 7 – стакан

4.4.1. Разделение солей железа(III) и меди(II)

Разделение солей Fe(III) и Cu(II) основано на переводе катионов этих металлов в комплексные ионы, имеющие противоположные заряды: железа(III) – в анионный комплекс, меди(II) – в катионный. Железо связывают в цитратный комплекс $[\text{Fe}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2]^{3-}$, в котором лигандами являются ионы трехосновной лимонной кислоты $(\text{CH}_2)_2\text{C}(\text{OH})(\text{COO})_3^{3-}$, медь – в аммиачный комплекс $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

Катионообменную смолу КУ-2-8 переводят в NH_4^+ -форму. Катионы NH_4^+ ионообменной смолы замещаются на комплексные катионы $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, а анионный комплекс железа не взаимодействует с катионитом.

Таким образом, при пропускании через катионит раствора, содержащего смесь комплексов железа(III) и меди(II), анионный комплекс железа будет не задерживаясь «проходить» через колонку, а катионный комплекс меди будет удерживаться смолой. Для удаления меди со смолы через колонку пропускают раствор соляной кислоты. Этот метод успешно применяется как для разделения сравнимых количеств меди и железа, так и для разделения этих элементов при соотношении 1 : 100.

Приготовление смеси для разделения

Предварительно приготовить по 50 мл исходных растворов: 0,02 М FeCl_3 и 0,03 М CuSO_4 . В стакан объемом 100 мл налить 10 мл раствора FeCl_3 и 20 мл раствора CuSO_4 , смесь перемешать стеклянной палочкой. К полученному раствору добавить 2,5 мл 20 %-го раствора лимонной кислоты, 5 мл 10 %-го раствора аммиака и тщательно перемешать стеклянной палочкой.

Перевод катионита в NH_4^+ -форму

Колонку, содержащую катионообменную смолу в H^+ -форме, промыть 20 мл воды, пропуская воду через смолу со скоростью 5 мл/мин. Затем через смолу пропустить 10 %-ный раствор аммиака со скоростью 5 мл/мин до тех пор, пока рН раствора на выходе из колонки не будет равен рН 10 %-го раствора аммиака по универсальной индикаторной бумаге.

Хроматографическое разделение

Через колонку, содержащую катионит в NH_4^+ -форме, пропустить приготовленную смесь со скоростью 2 мл/мин. После пропускания почти всего раствора оставить над смолой слой жидкости 1–2 см. Затем колонку промыть 3 %-ым раствором аммиака до отрицательной реакции на Fe^{3+} .

Качественную реакцию на Fe^{3+} проводят следующим образом. К 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить столько же

15 %-го раствора соляной кислоты для разрушения цитратного комплекса железа и 2–3 капли раствора роданида калия или аммония. При отрицательной реакции на ионы Fe^{3+} раствор не окрашивается в красный цвет, обусловленный присутствием комплексов $Fe(III)$ с роданид-ионами.

Для удаления меди из смолы сначала пропустить через колонку 15–20 мл воды со скоростью 5 мл/мин, а затем 15 %-ый раствор соляной кислоты до отрицательной качественной реакции на ионы Cu^{2+} с $K_4[Fe(CN)_6]$.

Качественную реакцию на ионы Cu^{2+} проводят следующим образом. К 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить 2–3 капли раствора желтой кровяной соли. При отрицательной реакции на Cu^{2+} в растворе не образуется красно-бурый осадок $Cu_2[Fe(CN)_6]$.

После окончания работы колонку промыть 3–4 раза водой, оставив над смолой после последнего промывания слой жидкости 1–2 см.

Вопросы

1. В чем заключается принцип хроматографического разделения солей металлов на катионнообменной смоле?

2. Для чего при хроматографическом разделении смеси солей железа(III) и меди(II) катион Fe^{3+} переводят в комплекс с лимонной кислотой?

3. Напишите уравнения качественных реакций, которые используются для определения полноты хроматографического извлечения ионов металлов.

4.4.2. Разделение солей цинка и железа(III)

Приготовление смеси для разделения

Предварительно приготовить по 50 мл исходных растворов: 0,05 М $ZnCl_2$ и 0,1 М $FeCl_3$. В стакан объемом 50 мл налить 10 мл раствора $ZnCl_2$ и 10 мл раствора $FeCl_3$. Раствор тщательно перемешать стеклянной палочкой.

Хроматографическое разделение

Через колонку, содержащую катионит в H^+ -форме, пропустить приготовленную смесь со скоростью 2 мл/мин. Затем промыть смолу 20 мл воды. После пропускания почти всей воды оставить над смолой слой жидкости 1–2 см.

Для извлечения ионов цинка пропустить через колонку 50 мл 10 %-го раствора гидроксида натрия. Для проверки полноты извлечения ионов цинка из катионита к 2–3 каплям раствора, вытекающего из колонки, добавить 5–6 капель 4 М раствора соляной кислоты и 1–2 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$. В присутствии ионов цинка выпадает белый осадок гексацианоферрата(II)

цинка. После извлечения всего цинка смолу промыть ~20 мл воды до нейтрального pH.

Для извлечения ионов железа(III) пропустить через катионит 10 мл горячего (~45 °С) раствора 2 М раствора соляной кислоты. Полноту извлечения железа(III) проверить качественной реакцией с роданидом калия или аммония. Для этого к 3–4 каплям анализируемого раствора в пробирке добавить 2–3 капли раствора роданида калия или аммония. При отрицательной реакции на ионы Fe^{3+} раствор не окрашивается в красный цвет, обусловленный присутствием комплексов Fe(III) с роданид-ионами.

После окончания работы колонку промыть водой до нейтральной реакции среды по индикаторной бумаге, оставив над смолой после последнего промывания слой жидкости 1–2 см.

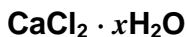
Вопросы

1. В чем заключается принцип хроматографического разделения солей металлов на катионнообменной смоле?

2. Напишите уравнения качественных реакций, которые используются для определения полноты хроматографического извлечения ионов металлов.

Глава 5. Простейшие синтезы неорганических соединений и исследование их свойств

5.1. Кристаллогидрат хлорида кальция



Получение кристаллогидрата хлорида кальция

Вычислить, какая масса карбоната кальция необходима для взаимодействия с 30 мл 15 %-го раствора соляной кислоты.

Небольшое количество карбоната кальция измельчить в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния и взвесить рассчитанную массу карбоната кальция. В стакан объемом 100 мл налить 30 мл 15 %-го раствора соляной кислоты. Накрыть стакан часовым стеклом и поместить на магнитную мешалку. Периодически снимая часовое стекло, не прекращая перемешивание, добавить *небольшими порциями* с помощью стеклянного шпателя навеску порошка карбоната кальция. Каждую последующую порцию вещества необходимо *вносить после того, как прекратится бурное вспенивание*. После добавления последней порции перемешивать реакционный раствор на магнитной мешалке еще в течение ~5 мин. Затем каплю реакционного раствора с помощью стеклянной палочки перенести на полоску универсальной индикаторной бумаги. Если среда будет сильнокислой ($\text{pH} < 4$), то добавить при перемешивании еще немного порошка CaCO_3 до pH раствора ~5.

Профильтровать полученный раствор через складчатый бумажный фильтр («желтая лента») в фарфоровую чашку. Упаривать фильтрат на электроплитке или песчаной бане до тех пор, пока температура раствора не достигнет 128–129 °С. В процессе упаривания раствор постоянно перемешивать с помощью стеклянной палочки, не допуская кипения.

Охладить упаренный раствор до комнатной температуры. Полученные кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Вещество перенести в тарированный бюкс и взвесить.

Установить состав кристаллогидрата полученной соли (определить значение «x»). Для этого взвесить 0,5 г полученного $\text{CaCl}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, поместить навеску в тигель и прокалить на электроплитке. Охладить тигель до комнатной температуры в эксикаторе над осушителем (безводный CaCl_2 или P_2O_5). Взвесить тигель с оставшимся веществом. Написать уравнение реакции, определить количество испарившейся воды и вычислить значение «x».

*Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.
К какому классу солей относится полученное вещество?*

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Используя нагревательный столик «Бозциус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными. Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?*
3. В две пробирки поместить немного (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. К раствору в первой пробирке добавить равный объем раствора гидрокарбоната натрия, во второй – 1–2 капли раствора нитрата серебра. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

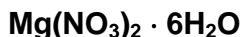
Общая характеристика кристаллогидрата хлорида кальция

Полученный кристаллогидрат хлорида кальция – бесцветные кристаллы ромбической формы, хорошо растворимые в воде. При температуре 30 °С плавится (растворяется в собственной кристаллизационной воде), при нагревании до 165 °С теряет большую часть кристаллизационной воды, при температуре выше 250 °С полностью обезвоживается. Безводный CaCl₂ энергично поглощает воду, поэтому в лабораторной практике часто используется в качестве осушителя.

Литературный источник

Практикум по неорганической химии / Под ред. Ю. Д. Третьякова
М. : Академия, 2004. С. 165.

5.2. Гексагидрат нитрата магния



Получение гексагидрата нитрата магния

В стакан объемом 100 мл налить 15 мл концентрированной азотной кислоты (*надеть перчатки и очки!*) и добавить 15 мл воды. Взвесить ~10 г основного карбоната магния (4MgCO₃ · Mg(OH)₂ · 4H₂O). Накрыть стакан с раствором кислоты часовым стеклом и поместить на магнитную мешалку. Периодически снимая часовое стекло, не прекращая перемешивание, добавлять *небольшими порциями* навеску порошка основного карбоната магния с помощью стеклянного шпателя. Каждую последующую порцию карбоната необходимо *вносить после того, как прекратится бурное вспенивание*. После добавления последней порции порошка перемешивать раствор на магнитной мешалке еще в течение ~5 мин.

Реакционный раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр («желтая лента») в фарфоровую чашку. Каплю реакционного раствора с помощью стеклянной палочки перенести на полоску универсальной индикаторной бумаги. Если реакция среды будет близка к нейтральной, добавить 1–2 капли концентрированной азотной кислоты до кислой реакции. Раствор в чашке слегка (*не более чем на четверть от первоначального объема*) упарить на водяной бане при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. Во время упаривания может появляться небольшое количество пены, окрашенной в буро-коричневый цвет, что обусловлено разложением избытка азотной кислоты при нагревании.

Охладить упаренный раствор до комнатной температуры. Полученные кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Используя нагревательный столик «Бозэиус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными. Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?*

3. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и сильно нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

4. В две пробирки поместить немного (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. В первую пробирку добавить равный объем раствора гидроксида натрия, во вторую – столько же раствора гидрокарбоната натрия. *Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.*

5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика гексагидрата нитрата магния

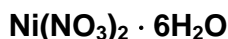
Гексагидрат нитрата магния – бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде (слабый гидролиз по катиону) и этиловом спирте.

При температуре 90 °С плавится (растворяется в собственной кристаллизационной воде), при нагревании выше 130 °С превращается в основную соль, выше 300 °С разлагается с образованием оксида магния.

Литературные источники

1. Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. М. : Химия, 1974. С. 217.
2. Леснова Е. В., Вишнякова О. А. Практикум по неорганическому синтезу. М. : Высшая школа, 1986. С. 127.

5.3. Гексагидрат нитрата никеля(II)



Получение гексагидрата нитрата никеля(II)

Вычислить массу карбоната никеля(II), необходимую для взаимодействия с 20 мл 68 %-го раствора азотной кислоты.

В стакан объемом 100 мл налить 20 мл 68 %-го раствора азотной кислоты (*надеть перчатки и очки!*) и такой же объем дистиллированной воды. Накрыть стакан часовым стеклом и поместить на магнитную мешалку. Периодически снимая часовое стекло, не прекращая перемешивание, добавлять *небольшими порциями* с помощью *стеклянного шпателя* рассчитанную навеску порошка карбоната никеля(II). Каждую последующую порцию карбоната необходимо *вносить после того, как прекратится бурное вспенивание*. После добавления последней порции перемешивать раствор на магнитной мешалке еще ~5 мин.

Если после добавления всей навески карбоната полученный раствор мутный, профильтровать его через стеклянный пористый фильтр (16 пор). Упарить прозрачный раствор на водяной бане до объема ~25 мл, после чего охладить его до комнатной температуры. Отфильтровать образовавшиеся кристаллы на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Вещество перенести в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Используя нагревательный столик «Боззиус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными. Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?*

3. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и сильно нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

4. В две пробирки поместить немного (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. В первую пробирку добавить равный объем раствора гидроксида натрия, во вторую – столько же раствора гидрокарбоната натрия. *Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.*

5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

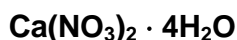
Общая характеристика гексагидрата нитрата никеля(II)

Гексагидрат нитрата никеля(II) – изумрудно-зеленые кристаллы, на воздухе постепенно выветриваются. При температуре 57 °С плавится (растворяется в собственной кристаллизационной воде), при нагревании выше 100 °С разлагается. Хорошо растворим в воде и этиловом спирте.

Литературный источник

Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. М. : Химия, 1974. С. 288.

5.4. Тетрагидрат нитрата кальция

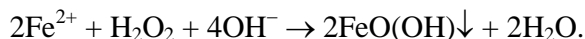
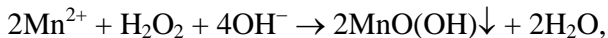


Получение тетрагидрата нитрата кальция

Вычислить приблизительную массу технического карбоната кальция, необходимую для взаимодействия с 25 мл 68 %-го раствора азотной кислоты.

В стакан объемом 250 мл налить 25 мл 68 %-го раствора азотной кислоты (*надеть перчатки и очки!*) и такой же объем дистиллированной воды. Накрыть стакан часовым стеклом и поместить на магнитную мешалку. Периодически снимая часовое стекло, не прекращая перемешивание, добавлять *небольшими порциями* с помощью *стеклянного шпателя* рассчитанную навеску порошка технического карбоната кальция. Каждую последующую порцию карбоната необходимо *вносить после того, как прекратится бурное вспенивание*. После добавления последней порции перемешивать реакционный раствор на магнитной мешалке еще в течение ~5 мин.

Технический карбонат кальция содержит примеси соединений железа и марганца. Для их удаления к реакционному раствору добавить при перемешивании гидроксид кальция до слабощелочной реакции (рН ~ 8 по универсальной индикаторной бумаге) и 5–6 капель концентрированного раствора пероксида водорода. При этом осаждаются ионы марганца и железа:



Образовавшуюся реакционную смесь нагреть до ~70 °С, а затем охладить до комнатной температуры. Профильтровать полученную взвесь через складчатый бумажный фильтр («желтая лента») в фарфоровую чашку. Фильтрат подкислить разбавленным раствором азотной кислотой до рН ~ 4 и упарить под ИК-излучателем примерно на треть от первоначального объема. Если во время упаривания образуется муть или осадок, то раствор снова профильтровать через складчатый бумажный фильтр («желтая лента»).

Охладить упаренный раствор до комнатной температуры и выдержать в кристаллизаторе со льдом в течение 10–15 мин. Полученные кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Вещество перенести в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Используя нагревательный столик «Бюэциус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными. Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?*
3. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и сильно нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*
4. В две пробирки поместить немного (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. В первую пробирку добавить равный объем раствора гидроортофосфата натрия, во вторую – столько же раствора гидрокарбоната натрия. *Отметить наблюдения и написать уравнения реакций.*
5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их по-*

ложение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.

Общая характеристика тетрагидрата нитрата кальция

Тетрагидрат нитрата кальция – бесцветные гигроскопичные кристаллы, хорошо растворимые в воде. При температуре 43 °С плавится (растворяется в собственной кристаллизационной воде), при нагревании выше 100 °С теряет кристаллизационную воду, а выше 500 °С разлагается.

Литературный источник

Леснова Е. В. Практикум по неорганическому синтезу. М. : Высшая школа, 1977. С. 110.

5.5. Карбонат лития



Получение карбоната лития

Вычислить, какая масса декагидрата карбоната натрия необходима для взаимодействия с 3 г моногидрата хлорида лития.

Рассчитанную навеску декагидрата карбоната натрия поместить в стакан объемом 100 мл и прилить 30 мл воды. Накрыть стакан часовым стеклом и нагреть его содержимое на электроплитке до ~90 °С.

В стакане объемом 250 мл приготовить раствор, содержащий 3 г моногидрата хлорида лития и 10 мл воды. К полученному раствору при перемешивании стеклянной палочкой добавить горячий раствор карбоната натрия. *Не дожидаясь охлаждения реакционной смеси*, отделить осадок от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть сначала ~5 мл горячей (~90 °С) воды, затем 10 мл этанола и сушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Полученный «сырой» продукт перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Методика очистки полученного вещества не совсем обычна и основана на том, что карбонат лития, в противоположность загрязняющим его примесям, значительно хуже растворяется в горячей воде (в 100 г воды при 100 °С растворяется 0,72 г Li_2CO_3), чем в холодной (в 100 г воды при 20 °С – 1,33 г Li_2CO_3). Другими словами, применяется перекристаллизация, но процесс ведется в обратном направлении.

Рассчитать объем воды, необходимый для растворения полученного «сырого» продукта при 20 °С.

Для очистки полученного вещества перекристаллизацией поместить его в химический стакан объемом 250 мл и добавить рассчитанный объем воды. Профильтровать раствор через складчатый фильтр («желтая лента»). Фильтрат нагревать на кипящей водяной бане в течение ~30 мин, периодически помешивая и протирая о стенки стакана стеклянной палочкой. Затем быстро отфильтровать осадок на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть вначале ~5 мл горячей (~90 °С) воды, затем 10 мл этанола. Высушить осадок на фильтре в сушильном шкафу при ~60 °С. Перенести очищенное вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции, рассчитать выход «сырого» и очищенного перекристаллизацией продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

Приготовить в стакане немного насыщенного при комнатной температуре раствора полученного вещества.

1. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора на полоску универсальной индикаторной бумаги. *Отметить pH раствора и объяснить его значение, написав уравнение реакции.*

2. Налить в три пробирки по ~1 мл насыщенного раствора карбоната лития. В первую пробирку добавить равный объем раствора хлорида бария, во вторую – столько же раствора сульфата меди(II), в третью – 2–3 капли концентрированной соляной кислоты. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

3. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика карбоната лития

Карбонат лития – белое кристаллическое вещество, устойчивое на воздухе. Плохо растворим в воде (гидролиз по аниону), нерастворим в этиловом спирте. Кристаллогидратов не образует.

Литературный источник

Диканская Л. Д., Овчаренко В. И. Практикум по неорганической химии. Вып. 1. Новосибирск : НГУ, 1992. С. 9.

5.6. Гептагидрат сульфата цинка $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

Получение гептагидрата сульфата цинка

Растворение металлического цинка в серной кислоте следует проводить в вытяжном шкафу вдали от огня!

Вычислить, какой объем 20 %-го раствора серной кислоты необходим для взаимодействия с 2 г металлического цинка.

В стакан объемом 100 мл поместить навеску гранулированного цинка и добавить 20 %-ый раствор серной кислоты, взятый с 2 %-ым избытком по отношению к рассчитанному объему. Для ускорения реакции растворения цинка в реакционную смесь добавить 4–5 капель раствора сульфата меди(II).

Каков механизм действия сульфата меди(II) и не приведет ли его присутствие в растворе к загрязнению синтезируемого вещества?

Стакан накрыть часовым стеклом и дождаться полного растворения цинка. После окончания реакции раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр («желтая лента»). Фильтрат перенести в фарфоровую чашку и упарить на водяной бане до $\sim 1/3$ от первоначального объема. Охладить упаренный раствор до комнатной температуры и оставить стоять для кристаллизации. Если спустя ~ 30 мин кристаллы из раствора не выпадут, охладить его до $\sim 0^\circ C$ в кристаллизаторе со льдом.

Полученные кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. В пробирку поместить небольшое количество (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить ~ 1 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора из пробирки на полоску универсальной индикаторной бумаги. *Отметить pH раствора и объяснить его величину, написав уравнения реакций.*

С раствором, оставшимся в пробирке, провести качественную реакцию, доказывающую наличие сульфат-ионов в нем. *Написать уравнение реакции и отметить наблюдаемые изменения.*

3. В двух пробирках приготовить по ~1 мл раствора полученного вещества. В первую пробирку добавить по каплям раствор гидроксида натрия – сначала до образования осадка, а затем до полного его растворения. Во вторую пробирку также по каплям добавить разбавленный раствор аммиака. *Записать наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика гептагидрата сульфата цинка

Гептагидрат сульфата цинка – бесцветные кристаллы, хорошо растворимые в воде. При нагревании выше 70 °С теряется основная часть кристаллизационной воды и образуется моногидрат ZnSO₄ · H₂O, который полностью обезвоживается при 238 °С. Выше 600 °С разлагается на ZnO и SO₃.

Литературный источник

Свиридов В. В., Попкович Г. А., Василевская Е. И. Неорганический синтез. Минск : Універсітэцкае, 2000. С. 131.

5.7. Гексагидрат сульфата аммония-железа(II) (соль Мора)



Получение соли Мора

Соль Мора получают из горячего раствора, содержащего сульфат аммония и сульфат железа(II). Растворимость (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O в воде меньше растворимости каждого из отдельно взятых в синтезе сульфатов.

Растворение металлического железа в серной кислоте следует проводить в вытяжном шкафу вдали от огня!

Вычислить, какой объем 20 %-го раствора серной кислоты необходим для взаимодействия с 1,5 г металлического железа.

В коническую колбу объемом 100 мл поместить навеску порошка металлического железа и добавить двукратный по отношению к рассчитанному объем 20 %-го раствора серной кислоты. Закрыть колбу пробкой с трубкой, соединенной с клапаном Бунзена (рис. 29) – отрезком закрытого резинового шланга с продольной прорезью. Растворить железо в кислоте при нагревании на водяной бане и периодическом перемешивании содержимого колбы.

Пока растворяется железо, приготовить раствор $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. В стакан объемом 25 мл поместить 4 г сульфата аммония, налить 5 мл воды, накрыть часовым стеклом и нагреть на электроплитке до кипения.

После растворения железа, не охлаждая раствор, быстро профильтровать его через стеклянный пористый фильтр (16 пор) в фарфоровую чашку. При перемешивании стеклянной палочкой добавить к фильтрату приготовленный ранее горячий раствор сульфата аммония.

Образовавшийся раствор упарить на водяной бане при постоянном перемешивании стеклянной палочкой до начала кристаллизации (образования отдельных кристаллов на поверхности раствора). Охладить раствор сначала до комнатной температуры, а затем в кристаллизаторе со льдом до $\sim 0^\circ\text{C}$.

Кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор), дважды промыть спиртом порциями по ~ 5 мл и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Перенести вещество в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнения реакций и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в пробирку и слегка нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Немного полученного вещества поместить в пробирку и растворить в ~ 1 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора на полоску универсальной индикаторной бумаги. *Отметить pH раствора и объяснить его величину, написав уравнения реакций.*

К оставшемуся раствору в пробирке добавить равный объем раствора гидроксида натрия и слегка подогреть в пламени спиртовки. Поднести к отвер-

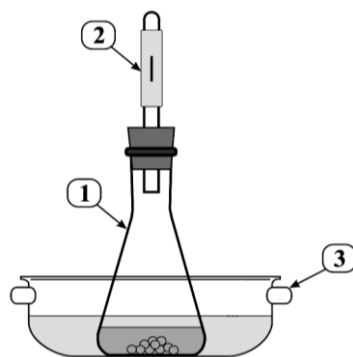


Рис. 29. Установка для получения сульфата железа(II)
1 – коническая колба;
2 – клапан Бунзена;
3 – водяная баня

стию пробирки полоску влажной универсальной индикаторной бумаги. *Отметить и объяснить наблюдаемые эффекты. Написать уравнение реакции.*

4. С раствором полученного вещества провести качественную реакцию, доказывающую наличие сульфат-ионов в нем. *Написать уравнение реакции и отметить наблюдаемые изменения.*

5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

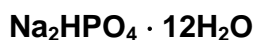
Общая характеристика соли Мора

Гексагидрат сульфата аммония-железа(II) – прозрачные синевато-зеленые кристаллы, устойчивые на воздухе. Хорошо растворяются в воде, не растворяются в этиловом спирте. Около 100 °С теряют кристаллизационную воду, выше 300 °С разлагаются.

Литературный источник

Практикум по неорганической химии / Под ред. Ю. Д. Третьякова М. : Академия, 2004. С. 196.

5.8. Додекагидрат гидроортофосфата натрия



Получение додекагидрата гидроортофосфата натрия

Вычислить, какая масса декагидрата карбоната натрия необходима для взаимодействия с 25 мл 20 %-го раствора ортофосфорной кислоты с образованием додекагидрата гидроортофосфата натрия.

В стакане объемом 50 мл приготовить насыщенный при 20 °С раствор карбоната натрия, содержащий рассчитанную навеску соли. В фарфоровую чашку налить 25 мл 20 %-го раствора ортофосфорной кислоты и нагреть на водяной бане до 60 °С. При перемешивании стеклянной палочкой, продолжая нагревание, добавлять *небольшими порциями* раствор карбоната натрия до pH ~9 (*контроль по универсальной индикаторной бумаге*).

По окончании реакции полученный раствор профильтровать через складчатый бумажный фильтр («желтая лента») в другую фарфоровую чашку. Фильтрат упарить на водяной бане при постоянном перемешивании стеклянной палочкой до начала кристаллизации (образования первых кристаллов на поверхности раствора) и охладить до комнатной температуры.

Полученные кристаллы отделить от маточного раствора на стеклянном пористом фильтре (40 пор) и высушить вначале током воздуха, затем – между листами фильтровальной бумаги. Перенести вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Используя нагревательный столик «Боззиус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными. Можно ли назвать наблюдаемый процесс плавлением?*

3. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в пробирку и растворить в ~2 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора на полоску универсальной индикаторной бумаги. *Отметить pH раствора и объяснить его значение, написав уравнение реакции.*

Оставшийся раствор разделить на две пробирки. В первую пробирку добавить равный объем раствора хлорида кальция, во вторую – 2–3 капли раствора нитрата серебра. *Что наблюдается? Написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, стр. 47.*

Общая характеристика додекагидрата гидроортофосфата натрия

Додекагидрат гидроортофосфата натрия – бесцветные кристаллы, быстро выветривающиеся на воздухе. Хорошо растворим в воде (гидролиз по аниону), нерастворим в этиловом спирте. При температуре 38 °С плавится (растворяется в собственной кристаллизационной воде), при нагревании выше 100 °С теряет кристаллизационную воду, выше 250 °С превращается в дифосфат натрия.

Литературные источники

1. Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. М : Химия, 1974. С. 282.

2. Леснова Е. В., Вишнякова О. А. Практикум по неорганическому синтезу. М : Высшая школа, 1986. С. 110.

5.9. Гидрокарбонат меди(II)



Получение гидрокарбоната меди(II)

В фарфоровой ступке *тонко измельчить* ~13 г медного купороса. Взять навески 12,5 г растертого в ступке $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и 9,5 г гидрокарбоната натрия. Пересыпать навески веществ в *сухой* стакан объемом 50 мл и *тщательно перемешать* сухой стеклянной палочкой.

В стакан объемом 250 мл налить 100 мл воды, поместить в него «якорек» и накрыть часовым стеклом. Нагреть воду до 60–70 °С. Периодически снимая часовое стекло, при перемешивании и нагревании на магнитной мешалке добавлять *небольшими порциями* с помощью стеклянного шпателя приготовленную ранее смесь сульфата меди и гидрокарбоната натрия. Каждую последующую порцию смеси вносить *после того, как прекратится бурное вспенивание*. После добавления последней порции смеси выключить нагревание, а содержимое стакана перемешивать еще в течение ~15 мин. Затем охладить стакан до комнатной температуры, дать отстояться и аккуратно слить раствор над осадком.

Полученный осадок промыть *методом декантации*. Для этого к осадку добавить 30–40 мл предварительно нагретой до ~60 °С воды, перемешать содержимое стакана стеклянной палочкой, дать отстояться и аккуратно слить раствор с осадка. Процедуру декантации повторить еще 2–3 раза до отсутствия качественной реакции на сульфат-ионы.

Отфильтровать осадок на воронке Бюхнера (фильтр «синяя лента»). Высушить осадок на фильтре в сушильном шкафу при ~60 °С. Полученное вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

2. В две пробирки поместить немного полученного вещества. В первую пробирку добавить ~1 мл раствора HCl , во вторую – столько же насыщенного раствора NH_4Cl и нагреть. *Записать наблюдения. Написать уравнения реакций.*

3. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 cm^{-1} . *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их по-*

ложение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.

Общая характеристика гидрокарбоната меди(II)

Гидрокарбонат меди(II) – светло-зеленый мелкозернистый аморфный порошок, при комнатной температуре нерастворимый в воде. В сухом состоянии устойчив до 150 °С, при нагревании выше 180 °С разлагается с образованием оксида меди(II).

Литературный источник

Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. М.: Химия, 1974. С. 238.

5.10. Моногидрат ацетата меди(II)



Получение моногидрата ацетата меди(II)

Для получения ацетата меди(II) на первой стадии осаждают основной карбонат меди(II), который затем взаимодействует с раствором уксусной кислоты.

Вычислить массу навесок пентагидрата сульфата меди(II) и декагидрата карбоната натрия, необходимых для приготовления 50 мл 8 %-го раствора CuSO_4 и 30 мл 9 %-го раствора Na_2CO_3 .

В двух стаканах приготовить 50 мл 8 %-го раствора сульфата меди(II) и 30 мл 9 %-го раствора карбоната натрия. Для приготовления раствора CuSO_4 использовать стакан объемом 100 мл, для Na_2CO_3 – высокий стакан объемом 250 мл. Прикрыв оба стакана часовыми стеклами, поместить их на нагревательную платформу магнитной мешалки (без функции «перемешивание») и нагреть растворы до ~60 °С. Затем со стакана с нагретым раствором карбоната натрия снять часовое стекло, поместить в него «якорек» и *при энергичном перемешивании* на магнитной мешалке добавлять *небольшими порциями* нагретый раствор сульфата меди(II). Каждую последующую порцию раствора приливать *после того, как прекратится бурное вспенивание*.

После добавления последней порции раствора выключить нагревание, а содержимое стакана перемешивать еще в течение ~15 мин. Затем охладить стакан до комнатной температуры, дать отстояться и аккуратно слить раствор над осадком. Полученный осадок промыть *методом декантации*. Для этого к осадку добавить 30–40 мл предварительно нагретой до ~60 °С воды, перемешать содержимое стакана стеклянной палочкой, дать отстояться и аккуратно слить раствор с осадка. Процедуру декантации повторить еще 2–3 раза до отсутствия качественной реакции на сульфат-ионы.

В фарфоровую чашку налить 10 мл дистиллированной воды и 7 мл ледяной уксусной кислоты, перемешать раствор стеклянной палочкой и нагреть до 60 °С. С помощью *стеклянного шпателя* постепенно добавлять промытый ранее осадок основного карбоната к нагретому раствору кислоты, *не допуская сильного вспенивания реакционной смеси*. Если после добавления всего осадка полученный раствор мутный, профильтровать его через стеклянный пористый фильтр (16 пор). Упарить прозрачный раствор на водяной бане до начала появления кристаллов, после чего охладить его до комнатной температуры. Отфильтровать образовавшиеся кристаллы на стеклянном пористом фильтре (40 пор), промыть вначале ~5 мл ледяной воды, затем таким же объемом ацетона и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество перенести в тарированный бюкс и взвесить.

Написать уравнения реакций и рассчитать выход продукта.

К какому классу солей относится полученное вещество?

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. В две пробирки поместить небольшое количество (на кончике шпателя) полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. С помощью стеклянной палочки перенести каплю полученного раствора из одной пробирки на полоску универсальной индикаторной бумаги. *Отметить рН раствора и объяснить его величину*. К оставшемуся раствору добавить равный объем раствора гидроксида натрия. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции*.

К раствору во второй пробирке добавить 1–2 гранулы цинка и оставить на некоторое время. *Отметить наблюдения и написать уравнение реакции*.

3. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика моногидрата ацетата меди(II)

Ацетат меди(II) – темные сине-зеленые кристаллы умеренно растворимые в воде, этаноле, диэтиловом эфире, значительно хуже – в ацетоне. Имеет молекулярную структуру дигидрата тетраацетата димеди(II). В воде слабо гидролизует. При нагревании разлагается.

Литературный источник

Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. М. : Химия, 1974. С. 239.

Глава 6. Тепловой эффект реакции нейтрализации

В мерных колбах объемом 250 мл приготовить ~1 М раствор гидроксида натрия и ~0,5 М раствор серной кислоты. Точные концентрации полученных растворов определить методом титрования их контрольными растворами. Перед титрованием разбавить исходные растворы в 10 раз.

Работа выполняется в простейшем калориметре (рис. 30). Реакция нейтрализации является экзотермической реакцией. За счет выделяющейся теплоты нагреваются реакционная смесь и стенки стакана. Если скачок температуры измерить достаточно быстро, то можно пренебречь нагреванием стенок стакана. Для измерения температуры реагентов и реакционной смеси используется термометр с ценой деления 0,1 °С или внешний термометр-сенсор (порядок работы с ним приведен в приложении 1, с. 123).

Калориметрический эксперимент

Провести *два опыта*, отличающихся порядком смешивания реагентов.

Опыт 1. Приготовить два сухих взвешенных стакана объемом 250 мл. В один из них налить 50 мл ~1 М раствора NaOH (*с уточненной титровани- ем концентрацией*) и взвесить стакан с раствором на весах с точностью 0,1 г. В другой стакан налить ~0,5 М раствора H₂SO₄ (*с уточненной концентраци- ей*). Количество добавляемой кислоты должно содержать 25–30 %-ый избыток по сравнению с количеством кислоты, необходимым для полной нейтрализации взятой щелочи. Второй стакан также взвесить с точностью 0,1 г.

Растворы щелочи и кислоты выдержать 10–15 мин при комнатной температуре, после чего измерить температуру каждого из них термометром. На стакан 2 (см. рис. 30) с раствором щелочи надеть центральное кольцо из пенополимера 3, поместить стакан 2 в наружный стакан 1 на пенополимерную прокладку 3, опустить в раствор «якорек» для перемешивания раствора и закрыть стакан 1 верхней крышкой 3. В крышку вставить воронку 4 и термометр 5. Поставить калориметр на магнитную мешалку 6 (порядок работы с магнитной мешалкой см. в приложении 1, с. 123).

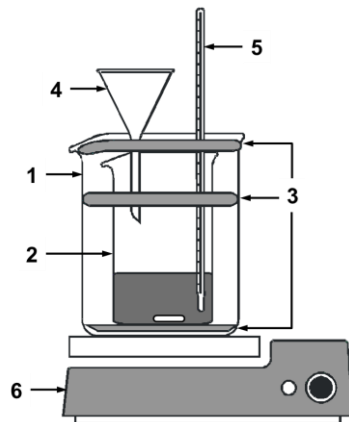


Рис. 30. Калориметр

- 1 – внешний стакан;
- 2 – внутренний стакан;
- 3 – пенополимерные прокладки;
- 4 – воронка; 5 – термометр;
- 6 – магнитная мешалка

После того как был откалиброван термометр 5 и задана определенная скорость перемешивания раствора, через воронку 4 *очень быстро* влить раствор кислоты в раствор щелочи и внимательно следить за температурой реакционной смеси. *Отметить максимальный скачок температуры (Δt).*

Опыт 2. Повторить эксперимент, изменив порядок смешивания реагентов. В два сухих взвешенных стакана поместить соответственно 50 мл 0,5 М раствора H_2SO_4 и предварительно рассчитанное с 25 %-ым избытком по отношению к теоретическому количество 1 М раствора NaOH. Взвесить каждый из них и далее все операции выполнить, как в первом опыте. *В калориметре должен находиться стакан 2 с раствором кислоты!*

Растворы щелочи и кислоты выдержать 10–15 мин при комнатной температуре, после чего измерить температуру каждого из них термометром.

Оценить тепловой эффект реакции нейтрализации, исходя из предположения, что удельная теплоемкость водного раствора с массой m равна $c_p = 4,18$ Дж/г. Тогда количество выделившейся теплоты $Q = c_p \cdot m \cdot \Delta t$. Из данных теплового эффекта реакции нейтрализации вычислить энтальпию реакции $\Delta_r H^\circ$. Полученные результаты внести в табл. 11.

Таблица 11

Определение энтальпии реакции нейтрализации

№ опыта	Раствор NaOH		Раствор H_2SO_4		Δt , °C	Q, Дж	$\Delta_r H^\circ$, кДж/моль
	m , г	C , моль/л	m , г	C , моль/л			
1							
2							
Среднее значение							

Вопросы и задания

1. Рассчитать среднее значение энтальпии реакции нейтрализации.
2. Используя справочные данные, рассчитать теоретическую величину энтальпии реакции нейтрализации и сравнить с экспериментальным значением.
3. Какой закон термодинамики позволяет рассчитывать энтальпии реакций? Сформулируйте этот закон.
4. Отличаются ли энтальпии реакций нейтрализации сильной и слабой кислот? Если да, то почему?

Глава 7. Ионные равновесия в растворах

7.1. Электропроводность растворов электролитов

Перед выполнением работы необходимо заранее познакомиться с разделом 2.3. «Изучение электропроводности растворов», с. 39.

В растворах электролитов (солей, кислот и оснований) электропроводность обусловлена движением ионов. Способность растворов к проводимости характеризуется электропроводностью – величиной, обратной сопротивлению. *Удельная электропроводность* раствора электролита представляет собой электропроводность единичного объема раствора (1 см^3), помещенного между двумя параллельными электродами единичной площади (1 см^2) при расстоянии между ними равном 1 см ; измеряется в $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ или $\text{См} \cdot \text{см}^{-1}$.

Для определения значений электропроводности растворов используют прибор «Анион» (рис. 31, инструкция по работе с этим прибором приведена в приложении 1, с. 123). Электропроводность растворов зависит как от свойств растворителя, так и от свойств растворенного вещества.



Рис. 31. Многофункциональный прибор «Анион» с датчиком кондуктометра

Зависимость электропроводности от свойств растворителя

В сухие стаканы объемом 100 мл налить по $30\text{--}50 \text{ мл}$ $0,1 \text{ М}$ водного и этанольного растворов гидроксида калия. Используя кондуктометрический режим измерений прибора «Анион», определить удельную электропроводность растворов. Измерение удобнее начинать со спиртового раствора. Перед измерением электропроводности водного раствора погружаемую часть датчика многократно промыть водой и осушить фильтровальной бумагой.

Зависимость электропроводности от свойств растворенного вещества

В стаканы объемом 100 мл налить по $30\text{--}50 \text{ мл}$ $0,1 \text{ М}$ водных растворов HCl , CH_3COOH , NaOH и NH_3 . Измерить значение электропроводности этих растворов. После каждого измерения тщательно промывать и осушать погружаемую часть датчика кондуктометра.

Вопросы

1. Почему отличаются значения электропроводности водного и спиртового растворов одинаковой концентрации одного и того же вещества?
2. Почему растворы электролитов одинаковой концентрации проводят электрический ток по-разному?
3. Что такое: а) сильные и слабые электролиты; б) степень диссоциации?

7.2. Кисотно-основные равновесия

7.2.1. Сильные электролиты

Зависимость рН водных растворов HCl от концентрации

Для выполнения работы использовать 0,1 М раствор соляной кислоты, полученный ранее в работе 3.1.1. «Приготовление раствора HCl из фиксаля», с. 52. Методом последовательного разбавления приготовить 10^{-2} М и 10^{-3} М растворы HCl. Для этого пробу 10 мл 0,1 М раствора, взятую пипеткой Мора, перенести в мерную колбу на 100 мл, довести объем раствора дистиллированной водой до метки и многократно перемешать раствор. Полученный 10^{-2} М раствор HCl, в свою очередь, разбавить таким же образом еще в 10 раз.

Растворы перенести в пронумерованные стаканы и измерить значения рН, начиная с минимальной концентрации. Промывать электроды водой перед измерением более концентрированного раствора не нужно.

Вопросы и задания

1. Рассчитать теоретические значения рН 10^{-1} , 10^{-2} и 10^{-3} М растворов соляной кислоты. Сравнить рассчитанные значения рН с результатами измерений и занести полученные данные в табл. 12.

Таблица 12

Зависимость рН растворов HCl от концентрации

<i>C</i> , моль/л	<i>pH</i> эксп.	<i>pH</i> теор.
10^{-1}		
10^{-2}		
10^{-3}		

2. В чем причина различия рассчитанных и экспериментальных данных для некоторых концентраций соляной кислоты в растворе?

Влияние ионной силы раствора на рН соляной кислоты

В стакан объемом 100 мл налить 30 мл 0,01 М раствора HCl и измерить значение его рН. Затем добавить 1 мл насыщенного раствора Na_2SO_4 и снова измерить рН.

Вопросы и задания

1. Рассчитать для 0,01 М раствора соляной кислоты до и после добавления к нему насыщенного раствора Na_2SO_4 : а) ионную силу (I); б) коэффициент активности ионов H^+ (γ); в) рН раствора. Занести рассчитанные данные и экспериментальные значения измерений рН в табл. 13.

Таблица 13

Влияние ионной силы на рН 0,01 М раствора HCl

Значения	рН эксп.	Ионная сила раствора (I)	Коэффициент активности H^+ (γ)	рН теор.
До добавления соли				
После добавления соли				

2. Соответствует ли экспериментальное значение рН раствора до и после добавления соли рассчитанному? Объяснить результат.

Зависимость рН водных растворов NaOH от концентрации

Для выполнения работы использовать 0,1 М раствор гидроксида натрия, полученный ранее в работе 3.1.2. «Приготовление раствора NaOH из твердого вещества» (с. 53) с определенным в дальнейшем точным значением концентрации (с. 54). Методом последовательного разбавления приготовить 10^{-2} М и 10^{-3} М растворы NaOH , как было описано ранее для раствора HCl (с. 92). Растворы перенести в пронумерованные стаканы и измерить значения рН, начиная с минимальной концентрации. Промывать электроды водой перед измерением более концентрированного раствора не нужно.

Задания

Рассчитать теоретические значения рН 10^{-1} , 10^{-2} и 10^{-3} М растворов NaOH . Сравнить рассчитанные значения рН с результатами измерений и занести полученные данные в табл. 14.

Таблица 14

Зависимость рН растворов NaOH от концентрации

C , моль/л	рН эксп.	рН теор.
10^{-1}		
10^{-2}		
10^{-3}		

7.2.2. Слабые электролиты

Зависимость рН водных растворов уксусной кислоты от концентрации

Для выполнения работы использовать 0,1 М раствор уксусной кислоты, приготовленной из фиксаля. Методом последовательного разбавления приготовить $2 \cdot 10^{-2}$ М и $4 \cdot 10^{-3}$ М растворы CH_3COOH (AcOH). Для этого пробу 10 мл 0,1 М раствора отобрать пипеткой Мора, перенести в мерную колбу на 50 мл, довести объем раствора дистиллированной водой до метки и многократно перемешать. Полученный таким образом раствор с концентрацией $2 \cdot 10^{-2}$ М разбавить еще в 5 раз.

Растворы перенести в пронумерованные сухие стаканы и измерить их рН, начиная с минимальной концентрации.

Вопросы и задания

1. Руководствуясь полученными данными рН рассчитать:

- степень диссоциации (α) уксусной кислоты (AcOH);
- константу диссоциации (K_a) AcOH для разных концентраций.

Занести рассчитанные данные и экспериментальные значения измеренный рН в табл. 15. Сравнить экспериментальные значения K_a со справочной величиной (приложение 2, с. 137).

Таблица 15

Зависимость рН и степени диссоциации (α) AcOH от концентрации

C , моль/л	рН эксп.	α эксп.	K_a эксп.	рН теор.
10^{-1}				
$2 \cdot 10^{-2}$				
$4 \cdot 10^{-3}$				

2. Как зависит степень диссоциации слабых электролитов от концентрации раствора?

7.2.3. Гидролиз солей

Измерение рН растворов солей слабых кислот или слабых оснований

Приготовить 0,1 М растворы $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ и Na_3PO_4 . Методом разбавления приготовить 0,01 М растворы этих солей. С помощью рН-метра измерить рН этих растворов.

Вопросы и задания

- Написать уравнения реакций гидролиза солей в ионном виде.
- На основании экспериментальных данных рассчитать степени гидролиза (h) и константы гидролиза (K_h) для $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ и Na_3PO_4 .

3. Рассчитать значение константы диссоциации $Pb(OH)_2$ по второй ступени (K_{b2}) и константы диссоциации H_3PO_4 по третьей ступени (K_{a3}). Сравнить их со справочными данными (приложение 2, с. 137). Занести рассчитанные данные и экспериментальные значения измерений pH в табл. 16 и 17.

Таблица 16

Зависимость pH и степени гидролиза (h) $Pb(NO_3)_2$ от концентрации

$C (Pb(NO_3)_2)$, моль/л	pH эксп.	$[H^+]$ эксп., моль/л	h эксп.	K_h эксп.	$K_{b2} (Pb(OH)_2)$ эксп.	pH теор.
10^{-1}						
10^{-2}						

Таблица 17

Зависимость pH и степени гидролиза (h) Na_3PO_4 от концентрации

$C (Na_3PO_4)$, моль/л	pH эксп.	$[H^+]$ эксп., моль/л	$[OH^-]$ эксп., моль/л	h эксп.	K_h эксп.	$K_{a3} (H_3PO_4)$ эксп.	pH теор.
10^{-1}							
10^{-2}							

Влияние температуры на степень гидролиза ацетата натрия

В пробирку налить 1–2 мл 1 М раствора ацетата натрия и добавить 2–3 капли спиртового раствора фенолфталеина. Нагреть пробирку в кипящей водяной бане. Отметить изменение цвета индикатора при нагревании.

Охладить пробирку с раствором до комнатной температуры и снова отметить изменение цвета раствора.

Написать уравнение реакции гидролиза ацетата натрия в ионном виде и объяснить, почему цвет индикатора меняется при нагревании и охлаждении.

Необратимый гидролиз

В две пробирки налить по ~1 мл 0,1 М растворов солей: в первую – $FeCl_3$, во вторую – $AlCl_3$. В пробирку с солью железа(III) добавить равный объем раствора Na_2CO_3 , в пробирку с солью алюминия – столько же раствора Na_2S . Что наблюдается?

Написать уравнения реакций.

Оценить константы равновесия и сделать вывод о практической необратимости этих реакций и возможности существования карбоната железа(III) и сульфида алюминия в водном растворе.

7.2.4. Приготовление и изучение свойств ацетатного буферного раствора

Предварительно приготовить 0,2 М растворы ацетата натрия (CH_3COONa) и уксусной кислоты (CH_3COOH) и измерить их pH.

В стакан объемом 200 мл налить 18 мл 0,2 М раствора CH_3COONa , 82 мл 0,2 М раствора CH_3COOH и тщательно перемешать. Измерить pH полученного буферного раствора.

Взять 10 мл буферного раствора, разбавить его в 10 раз и измерить pH.

К 30 мл исходного буферного раствора добавить 1 мл 0,1 М раствора HCl и измерить pH.

К 30 мл исходного буферного раствора добавить 1 мл 0,1 М раствора NaOH и измерить pH.

Вопросы и задания

1. Написать ионные уравнения всех кислотно-основных равновесий в водных растворах CH_3COONa и CH_3COOH .

2. Занести рассчитанные данные и экспериментальные значения измерений pH в табл. 18.

Таблица 18

Свойства ацетатного буферного раствора

Исследуемый раствор	pH эксп.	pH теор.
0,2 М раствор CH_3COONa		
0,2 М раствор CH_3COOH		
Буферный раствор		
Разбавленный в 10 раз буферный раствор		
Буферный раствор + HCl		
Буферный раствор + NaOH		

3. Что такое буферный раствор и каковы его свойства?

4. Из экспериментальных данных рассчитать константу диссоциации $K_a(\text{CH}_3\text{COOH})$ и сравнить ее со справочной величиной (приложение 2, с. 137).

5. Как влияет разбавление на значение pH ацетатного буферного раствора?

6. Как влияет добавление HCl или NaOH на значение pH ацетатного буферного раствора?

7.3. Гетерогенные равновесия

Осаждение труднорастворимых солей

Налить в три пробирки по 1–2 мл растворов BaCl_2 , SrCl_2 и CaCl_2 . В первую пробирку прилить раствор сульфата натрия, во вторую – насыщенный раствор сульфата кальция, в третью – насыщенный раствор сульфата стронция.

Вопросы и задания

1. Написать ионные уравнения реакций.
2. Объяснить наблюдаемые экспериментальные результаты. Используя величины произведений растворимости (приложение 2, с. 138) исследуемых солей, рассчитать константы равновесия исследуемых процессов.

Растворение труднорастворимых солей

Получить в пробирках осадки карбоната кальция CaCO_3 и оксалата кальция CaC_2O_4 . Декантировать растворы и прилить к осадкам раствор уксусной кислоты. Что при этом происходит? Повторить опыт, заменив уксусную кислоту на соляную.

Вопросы и задания

1. Написать ионные уравнения реакций.
2. Объяснить наблюдаемые экспериментальные результаты. С помощью величин констант диссоциации используемых кислот (приложение 2, с. 137) и произведений растворимости образующихся в реакциях солей (приложение 2, с. 138) рассчитать константы равновесия рассмотренных реакций и сделать вывод о направленности процессов.

Осаждение и растворение труднорастворимых оснований

В пробирку налить ~1 мл раствора MgCl_2 и добавить к нему столько же водного раствора аммиака. К реакционной смеси, содержащей выпавший осадок, прилить концентрированный раствор хлорида аммония. Что происходит с осадком?

Вопросы и задания

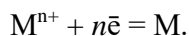
1. Написать ионные уравнения реакций.
2. Объяснить наблюдаемые экспериментальные результаты, используя необходимые термодинамические величины ($K_L(\text{Mg}(\text{OH}))_2$, $K_b(\text{NH}_3)$) (приложение 2, с. 137–138).
3. Что такое «магнезиальная смесь» и для чего она используется?

Глава 8. Окислительно-восстановительные равновесия

8.1. Зависимость электродного потенциала медного электрода от концентрации Cu(II)

Определение электродного потенциала сопряженной пары металл–гидратированный ион основано на измерении электродвижущей силы (ЭДС) электрохимической ячейки с активным металлическим электродом (рис. 32).

На металлическом электроде протекает полуреакция:



В данной работе гальванический элемент состоит из медного электрода (медной проволоки, погруженной в раствор CuSO_4) и хлорсеребряного электрода сравнения. Разность потенциалов измеряется прибором «Анион» (инструкция по работе с этим прибором приведена в приложении 1, с. 130). В соответствии с паспортными данными потенциал хлорсеребряного электрода составляет $E = 0,208 \text{ В}$.

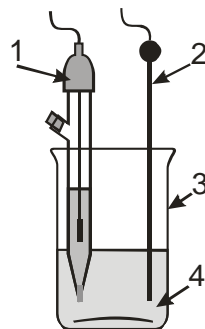


Рис. 32. Электрохимическая ячейка с активным медным электродом:
1 – электрод сравнения;
2 – активный электрод; 3 – стакан;
4 – исследуемый раствор

Выполнение работы

Приготовить в мерной колбе на 100 мл 1 М раствор CuSO_4 . Для этого рассчитанную навеску $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ перенести в мерную колбу, добавить 5 мл 0,5 М раствора H_2SO_4 и довести до метки водой. *Зачем добавляют H_2SO_4 ?*

Далее последовательным разбавлением приготовить по 100 мл 0,1 М; 0,01 М; 0,001 М растворов CuSO_4 , добавляя в каждую колбу по 5 мл 0,5 М раствора H_2SO_4 .

Собрать электрохимическую установку (рис. 32), состоящую из стакана 3 с исследуемым раствором 4, хлорсеребряного электрода 1 и медного электрода 2.

Измерить ЭДС гальванического элемента. Перед измерениями зачистить медный электрод тонкой шлифовальной бумагой. Оба электрода должны быть погружены в раствор примерно на 1 см. Желательно, чтобы уровень погружения электродов в растворы был примерно одинаков для всех экспериментов.

Экспериментальные данные занести в табл. 19.

Зависимость потенциала медного электрода от концентрации Cu(II)

$C (\text{CuSO}_4)$, моль/л	Электродный потенциал, E (В) относительно электрода		Теоретическое значение потенциала E
	хлорсеребряного	водородного	
1,0			
0,1			
0,01			
0,001			

Задания

1. Пересчитать значения ЭДС, измеренные относительно хлорсеребряного электрода, на значения относительно водородного электрода.

2. Используя уравнение Нернста, рассчитать значения электродных потенциалов (E) сопряженной пары Cu(II)/Cu для всех растворов.

3. Сравнить экспериментальные значения электродных потенциалов, пересчитанные относительно водородного электрода, с рассчитанными по уравнению Нернста.

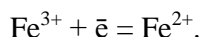
4. С помощью программы «Origin» (приложение 3, с. 140) построить график зависимости экспериментальных значений электродного потенциала, рассчитанных относительно водородного электрода, от логарифма концентрации растворов ($\ln C$).

5. Определить из построенного графика стандартный электродный потенциал и тангенс угла наклона линейной зависимости E от $\ln C$. Сравнить их с теоретическими значениями.

6. Полученный в результате компьютерной обработки график распечатать и приложить к лабораторному журналу.

8.2. Зависимость электродного потенциала Fe(III)/Fe(II) от концентрации окисленной и восстановленной форм

Определение электродного потенциала сопряженной пары Fe(III)/Fe(II) , когда и окисленная, и восстановленная формы находятся в растворе, основано на измерении ЭДС гальванического элемента, содержащего в качестве измерительного электрода инертный платиновый электрод, а в качестве электрода сравнения – хлорсеребряный. На инертном платиновом электроде протекает полуреакция:



Разность потенциалов (ЭДС) измеряют, как и в предыдущем опыте, с помощью прибора «Анион».

Выполнение работы

Приготовить следующие растворы:

- 0,1 М FeSO₄. Рассчитанную навеску кристаллогидрата FeSO₄ · 7H₂O перенести в мерную колбу на 100 мл, добавить 5 мл 0,5 М раствора H₂SO₄ и довести до метки водой.
- 0,01 М FeSO₄. Пипеткой Мора отобрать 10 мл 0,1 М FeSO₄, перенести в мерную колбу на 100 мл, добавить 5 мл 0,5 М раствора H₂SO₄ и довести до метки водой.
- 0,1 М FeCl₃. Рассчитанную навеску кристаллогидрата FeCl₃ · 6H₂O перенести в мерную колбу на 100 мл, добавить 5 мл 0,5 М раствора H₂SO₄ и довести до метки водой.
- 0,01 М FeCl₃. Разбавить 0,1 М FeCl₃ в 10 раз, предварительно добавив 5 мл 0,5 М H₂SO₄.

Взять 4 стакана объемом 50 мл и приготовить в них смеси солей Fe(II) и Fe(III) в соотношениях, указанных в табл. 20.

Таблица 20

Зависимость электродного потенциала сопряженной пары Fe(III)/Fe(II)
от концентрации окисленной и восстановленной форм

<i>Раствор FeSO₄</i>	<i>Раствор FeCl₃</i>	$\frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]}$	<i>Экспериментальное значение ЭДС</i>		<i>Теоретический электродный потенциал (E)</i>
			<i>показание прибора</i>	<i>относительно водородного электрода</i>	
<i>10 мл 0,1 М</i>	<i>10 мл 0,1 М</i>				
<i>10 мл 0,1 М</i>	<i>10 мл 0,01 М</i>				
<i>10 мл 0,01 М</i>	<i>10 мл 0,1 М</i>				
<i>10 мл 0,01 М</i>	<i>10 мл 0,01 М</i>				

Задания

1. Пересчитать значения ЭДС, измеренные относительно хлорсеребряного электрода, на ЭДС относительно водородного электрода.

2. Используя уравнение Нернста, рассчитать значение электродного потенциала (E) сопряженной пары $Fe(III)/Fe(II)$ для всех растворов.

3. Сравнить экспериментальные значения электродных потенциалов, пересчитанные относительно водородного электрода, с рассчитанными по уравнению Нернста.

4. С помощью программы «Origin» (приложение 3, с. 140) построить графическую зависимость экспериментального электродного потенциала от логарифма отношения концентраций окисленной и восстановленной форм сопряженной пары $\ln([Fe(III)]/[Fe(II)])$. Полученный график распечатать и приложить к лабораторному журналу.

5. Определить из графика величину стандартного электродного потенциала и тангенс угла наклона прямой и сравнить с теоретическими значениями.

Глава 9. Комплексные (координационные) соединения

9.1. Реакции образования и устойчивость комплексных соединений

Реакции образования комплексов с монодентатными лигандами

Аквакомплексы (с монодентатным лигандом H_2O)

В три фарфоровых тигля поместить небольшие количества $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (голубой), $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ (зеленый), $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (розовый) и нагреть их на песчаной бане до прекращения изменения окраски веществ. *Какова окраска безводных солей?* После охлаждения в каждый из тиглей добавить воду. *Какова окраска полученных растворов?*

Вопросы и задания

1. Написать координационные формулы аквакомплексов $Cu(II)$, $Ni(II)$, $Co(II)$.
2. В какой форме находятся катионы переходных металлов в водных растворах их солей?

Гидроксиокомплексы (с монодентатным лигандом OH^-)

В четыре пробирки, содержащие по ~1 мл растворов солей $ZnCl_2$, $AlCl_3$, $CrCl_3$, $SbCl_3$, добавить по каплям раствор гидроксида натрия до прекращения выделения осадков гидроксидов, а затем прилить избыток раствора гидроксида натрия до полного растворения осадков.

Вопросы и задания

1. Написать уравнения реакций образования гидроксидов металлов и их последующего растворения. Назвать полученные гидроксиокомплексы.
2. Какие свойства гидроксидов способствуют их растворению в избытке раствора щелочи?

Амминокомплексы (с монодентатным лигандом NH_3)

В три пробирки, содержащие по ~1 мл растворов солей $CuCl_2$, $NiCl_2$, $ZnCl_2$, добавить по каплям раствор NH_3 до прекращения выделения осадков гидроксидов. *Отметить цвет осадков.* Затем к осадкам прилить раствор NH_3 до полного их растворения. *Каков цвет каждого из растворов?* Амминокомплекс $Ni(II)$ сохранить для последующего опыта с диметилглиоксимом.

Вопросы и задания

1. Написать уравнения реакций образования и координационные формулы амминокомплексов $Cu(II)$, $Ni(II)$, $Zn(II)$. Назвать полученные соединения.

2. В случае образования амминокомплекса Ni(II) из гидроксида оценить константу этого равновесия, используя K_L гидроксида Ni(II) (приложение 2, с. 138) и $Ig(\beta_6)$ комплекса (приложение 2, с. 139).

Реакции образования комплексов с бидентатными лигандами

Этилендиаминовые комплексы (с бидентатным лигандом $NH_2C_2H_4NH_2$ (En))

В две пробирки, содержащие по ~1 мл растворов солей $CuCl_2$ и $NiCl_2$, добавить по каплям раствор этилендиамина. Как изменился цвет растворов?

Вопросы и задания

1. Написать уравнения реакций образования и координационные формулы этилендиаминовых комплексов $Cu(II)$ и $Ni(II)$. Назвать эти соединения.

2. Сравнить суммарные константы образования аммиачных и этилендиаминовых комплексов $Ni(II)$ (приложение 2, с. 139). Объяснить резкое различие этих констант.

3. Является ли реакция образования этилендиаминовых комплексов реакцией замещения лигандов?

Оксалатные комплексы (с бидентатным лигандом $C_2O_4^{2-}$ (Ox))

В две пробирки, содержащие по ~1 мл растворов солей $CoCl_2$ и $NiCl_2$, добавить по каплям раствор оксалата натрия ($Na_2C_2O_4$) до прекращения выделения осадков. Отметить цвет образовавшихся осадков оксалатов и прилить к каждому из них избыток раствора $Na_2C_2O_4$ до растворения осадков. Каков цвет образовавшихся растворов?

Написать уравнения реакций образования и координационные формулы оксалатных комплексов $Co(II)$ и $Ni(II)$. Назвать полученные соединения.

Глициновые комплексы (с бидентатным лигандом глицином NH_2CH_2COOH или $NH_3^+CH_2COO^-$ (GlyH))

В пробирку поместить 0,2 г основного карбоната меди(II) $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$, 0,6 г глицина, добавить 3 мл дистиллированной воды и нагреть на водяной бане до растворения реагентов. Отметить цвет раствора.

Вопросы и задания

1. Написать уравнение реакции образования, координационную и структурную формулы глицинового комплекса $Cu(II)$ ($KЧ = 4$). Назвать полученное соединение.

2. Возможно ли существование изомеров этого комплекса, имеющего квадратное окружение центрального атома? Назвать вид изомерии.

Диметилглиоксиматные комплексы (с бидентатным лигандом диметилглиоксимом $\text{CH}_3\text{C}(=\text{NOH})\text{C}(=\text{NOH})\text{CH}_3$ (ДМГН₂))

В пробирку, содержащую ~1 мл соли NiCl_2 , добавить по каплям 1 %-ый спиртовый раствор ДМГН₂ до прекращения выделения осадка $\text{Ni}(\text{ДМГН})_2$. Отметить цвет осадка. Затем добавить к осадку по каплям раствор HCl . Что происходит с осадком?

В пробирку, содержащую ранее полученный амминокомплекс $\text{Ni}(\text{II})$, добавить по каплям 1 %-ый спиртовый раствор ДМГН₂ до прекращения выделения осадка $\text{Ni}(\text{ДМГН})_2$.

Вопросы и задания

1. Написать уравнения реакций образования $\text{Ni}(\text{ДМГН})_2$. Являются ли они реакциями замещения лигандов?

2. Изобразить структурную формулу $\text{Ni}(\text{ДМГН})_2$. Назвать полученное соединение.

3. Оценить константы равновесия обеих реакций образования $\text{Ni}(\text{ДМГН})_2$, используя данные $K_{\text{a1}}(\text{ДМГН}_2)$, $K_{\text{b}}(\text{NH}_3)$, $K_{\text{L}}(\text{Ni}(\text{ДМГН})_2)$, $\lg(\beta_6([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}))$ (приложение 2, с. 137–139). Сделать обоснованные выводы.

Устойчивость комплексных ионов и их разрушение

Разрушение внутренней сферы комплекса в результате образования труднорастворимых продуктов

В две пробирки налить по ~1 мл раствора нитрата серебра. В первую пробирку по каплям добавить концентрированный раствор нитрита натрия. Наблюдать образование осадка, который растворяется в избытке концентрированного раствора NaNO_2 . К раствору образовавшегося нитритного комплекса серебра прилить раствор хлорида натрия. Что происходит?

Во вторую пробирку с раствором нитрата серебра добавить по каплям разбавленный раствор тиосульфата натрия. Отметить образование осадка, который растворяется в избытке тиосульфата натрия. Полученный раствор комплекса разделить на две части. К первой части добавить раствор бромида натрия, ко второй – иодида натрия. Что наблюдается?

Вопросы и задания

1. Написать уравнения реакций образования соответствующих комплексных частиц и их последующего разрушения.

2. Объяснить наблюдаемые эффекты, используя величины K_{L} труднорастворимых соединений серебра и логарифмов констант устойчивости комплексных частиц (приложение 2, с. 138–139).

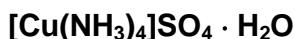
Разрушение внутренней сферы в результате образования более устойчивого комплекса

Налить в пробирку ~1 мл раствора нитрата серебра и добавить раствор хлорида натрия до образования обильного осадка. К осадку осторожно по каплям добавить разбавленный раствор аммиака (каждый раз слегка встряхивая пробирку) до почти полного растворения первоначально образовавшегося осадка и сохранения слабой мути хлорида серебра. Это свидетельствует о том, что в растворе образовался аминокомплекс серебра и отсутствует избыток аммиака. Затем к раствору прилить несколько капель раствора сульфата никеля(II) (*отметить цвет используемого раствора соли никеля*). Как изменяется цвет раствора? Наблюдается ли выпадение осадка?

Написать уравнения реакций. На основании проведенного опыта и логарифмов констант устойчивости комплексных частиц (приложение 2, с. 139) сделать вывод о сравнительной устойчивости аминокомплексов $Ag(I)$ и $Ni(II)$.

9.2. Синтезы комплексных соединений

9.2.1. Моногидрат сульфата тетраамминмеди(II)



Получение моногидрата сульфата тетраамминмеди(II)

В стакан объемом 50 мл поместить 5 г предварительно мелко растертого в фарфоровой ступке пентагидрата сульфата меди(II) и прилить 10 мл воды. Слегка нагреть смесь для полного растворения соли, а затем охладить раствор до комнатной температуры. При перемешивании стеклянной палочкой добавить 6 мл концентрированного раствора аммиака (порциями по ~1 мл) до исчезновения образующегося вначале осадка. Полученный раствор профильтровать через бумажный фильтр («красная лента») в стакан объемом 100 мл.

К фильтрату при перемешивании стеклянной палочкой медленно добавить 20 мл этанола и выдержать раствор в течение ~1 ч в кристаллизаторе со льдом. Образовавшийся осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), дважды промыть этанолом порциями по ~5 мл и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 15–20 мин. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию

внутренней сферы; в) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; г) привести выражение для константы β_4 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*
3. Поместить в пробирку немного полученного вещества и добавить ~1 мл воды. Прокипятить полученный раствор в течение 1–2 мин. *Отметить наблюдения и написать уравнение реакции.*
4. В три пробирки поместить немного полученного вещества и добавить по ~1 мл воды. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько же раствора сульфида натрия, в третью – несколько капель раствора хлорида бария. *Записать все наблюдения и написать уравнения реакций.*
5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см^{-1} . *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*
6. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить $1 \cdot 10^{-2}$ М раствор полученного вещества в 2 %-ом растворе аммиака и записать электронный спектр поглощения раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \varepsilon$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая характеристика моногидрата сульфата тетраамминмеди(II)

Моногидрат сульфата тетраамминмеди(II) – синие ромбические кристаллы, хорошо растворимые в воде, нерастворимые в этаноле. В водном растворе устойчив только в присутствии избытка раствора аммиака, разлагается горячей водой. При нагревании в твердом виде разлагается при температуре выше 120 °С с удалением молекулы кристаллизационной воды и двух молекул NH_3 , при нагревании выше 260 °С комплекс полностью разрушается.

Литературный источник

Ключников Н. Г. Руководство по неорганическому синтезу. М. : Химия, 1965. С. 373.

9.2.2. Хлорид гексаамминникеля(II)



Получение хлорида гексаамминникеля(II)

В стакан объемом 50 мл поместить 5 г гексагидрата хлорида никеля(II) и прилить 6–7 мл воды. При перемешивании на магнитной мешалке добавить к полученному раствору 10 мл концентрированного раствора аммиака порциями по ~1 мл до полного растворения первоначально выпавшего осадка. Полученный раствор профильтровать через бумажный фильтр («красная лента») в стакан объемом 50 мл.

В стакане объемом 50 мл приготовить аммиачный раствор хлорида аммония. Для этого к 10 мл концентрированного раствора аммиака добавить равный объем насыщенного при комнатной температуре раствора хлорида аммония (см. растворимость NH_4Cl в приложении 2, с. 133).

Добавить к ранее полученному прозрачному раствору комплекса 20 мл аммиачного раствора NH_4Cl и выдержать раствор при комнатной температуре в течение ~10 мин. Отфильтровать осадок на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть сначала ~5 мл концентрированного раствора аммиака, а затем – дважды порциями по ~5 мл этанола. Высушить осадок током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 15–20 мин. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; г) привести выражение для константы β_6 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*
3. Поместить в пробирку немного полученного вещества и добавить ~1 мл воды. Прокипятить полученный раствор в течение 1–2 мин. *Отметить наблюдения и написать уравнение реакции.*
4. Приготовить в трех пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько

же раствора сульфида натрия, в третью – несколько капель раствора нитрата серебра. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

6. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить 1 · 10⁻² М раствор полученного вещества в 2 %-ом растворе аммиака и записать электронный спектр поглощения раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции (lg ε_i) и сравнить их с литературными данными.*

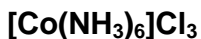
Общая характеристика хлорида гексаамминникеля(II)

Хлорид гексаамминникеля(II) – сине-фиолетовые кристаллы, хорошо растворимые в воде, нерастворимые в этаноле. В разбавленном водном растворе устойчив в присутствии избытка раствора NH₃, разлагается горячей водой. При нагревании в твердом виде разлагается при температуре выше 177 °С.

Литературный источник

Ключников Н. Г. Руководство по неорганическому синтезу. М. : Химия, 1965. С. 372.

9.2.3. Хлорид гексаамминкобальта(III)



Получение хлорида гексаамминкобальта(III)

В стакан объемом 50 мл поместить 2,75 г гексагидрата хлорида кобальта(II) и растворить его в 3–4 мл воды. К полученному раствору добавить 10 мл концентрированного раствора аммиака, 1,8 г хлорида аммония и 0,5 г растертого активированного угля.

Поместить стакан в кристаллизатор со льдом и при перемешивании на магнитной мешалке медленно по каплям с помощью пипетки добавлять 5 мл концентрированного раствора пероксида водорода (*избегать бурного газообразования!*). После добавления пероксида водорода кристаллизатор со льдом убрать и, не прекращая перемешивание, постепенно нагреть реакцию смесь до ~80 °С для разложения избытка H₂O₂.

Реакционную смесь охладить до комнатной температуры и при перемешивании нейтрализовать избыток аммиака ~2 мл концентрированной со-

ляной кислоты. Смесь угля и комплекса отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть на фильтре трижды порциями по ~5 мл теплой воды, содержащей несколько капель концентрированной соляной кислоты, до растворения основной массы комплекса. Фильтрат нагреть на водяной бане до ~80 °С и добавить концентрированную соляную кислоту до образования устойчивой мути. Полученный раствор медленно охладить сначала до комнатной температуры, а затем до ~0 °С.

Образовавшийся оранжево-бурый осадок отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть трижды порциями по ~5 мл этанола. Высушить осадок током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 15–20 мин. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; г) привести выражение для константы β_6 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Поместить в пробирку немного полученного вещества и добавить ~1 мл воды. Прокипятить полученный раствор в течение 1–2 мин. *Отметить наблюдения и написать уравнение реакции.*

4. Приготовить в трех пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько же раствора сульфида натрия, в третью – несколько капель раствора нитрата серебра. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

5. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

6. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить $1 \cdot 10^{-2}$ М раствор полученного вещества в воде.

а) Измерить удельную электропроводность χ свежеприготовленного раствора и *рассчитать молярную электропроводность μ* .

б) Записать электронный спектр поглощения свежеприготовленного раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \epsilon_i$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая характеристика хлорида гексаамминкобальта(III)

Хлорид гексаамминкобальта(III) – буро-оранжевые кубические кристаллы. Умеренно растворяется в воде (6,96 г в 100 г воды при 20 °С), нерастворим в этаноле и диэтиловом эфире. В водном растворе при нагревании комплекс разрушается. При нагревании в твердом виде разлагается при температуре выше 215 °С.

Литературный источник

Практикум по неорганической химии / Под ред. Ю. Д. Третьякова. М. : Академия, 2004. С. 198.

9.2.4. Хлорид трис(этилендиамин)кобальта(III)



Получение хлорида трис(этилендиамин)кобальта(III)

В коническую колбу объемом 100 мл поместить 5 г гексагидрата хлорида кобальта(II) и растворить его в 10 мл воды. К полученному раствору порциями по ~3 мл добавить 16 мл 30 %-го водного раствора этилендиамина, частично нейтрализованного 4 мл 20 %-го раствора соляной кислоты (*нейтрализацию проводить под тягой!*). Затем по каплям осторожно добавить 5 мл концентрированного раствора пероксида водорода (*избегать бурного газообразования!*). После добавления пероксида водорода реакционную смесь перемешивать на магнитной мешалке еще в течение ~40 мин.

Полученный раствор желто-бурого цвета перелить в выпарительную чашку и упарить под ИК-излучателем до объема ~20 мл. Горячий раствор перелить в стакан объемом 100 мл, охладить до комнатной температуры, добавить 8 мл концентрированной соляной кислоты и 20 мл этанола. Смесь выдерживать при 0 °С в течение ~15 мин.

Образовавшиеся желто-оранжевые кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть ~10 мл смеси этанола и воды (1 : 1), затем ~5 мл этанола и ~5 мл диэтилового эфира. Перенести осадок в тарированную чашку Петри, высушить его в сушильном шкафу при 75 °С и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) перечислить возможные виды изомерии; г) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; д) привести выражение для константы β_3 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Приготовить в трех пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько же раствора сульфида натрия, в третью – несколько капель раствора нитрата серебра. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

5. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить 1 · 10⁻² М раствор полученного вещества в воде.

а) Измерить удельную электропроводность χ свежеприготовленного раствора и *рассчитать молярную электропроводность μ .*

б) Записать электронный спектр поглощения свежеприготовленного раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \epsilon_i$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая характеристика хлорида трис(этилендиамин)кобальта(III)

Хлорид трис(этилендиамин)кобальта(III) – оранжево-желтые игольчатые кристаллы, хорошо растворимые в воде, нерастворимые в этаноле и диэтиловом эфире. Разлагается при нагревании выше 200 °С.

Литературный источник

Практикум по общей и неорганической химии / Под ред. А. Р. Воробьева, С. И. Дракина. М. : Высшая школа, 1984. С. 115.

9.2.5. Моногидрат гексанитрокобальтата(III) натрия



Получение моногидрата гексанитрокобальтата(III) натрия

В стакан объемом 100 мл поместить 15 г нитрита натрия, прилить 15 мл воды и нагреть при перемешивании на магнитной мешалке до 50 °С для полного растворения соли. К полученному раствору добавить 5 г гексагидрата нитрата кобальта(II) и, не прекращая перемешивание и нагревание, прилить небольшими порциями 5 мл 50 %-го раствора уксусной кислоты, а затем *медленно по каплям* добавить 7 мл концентрированного раствора пероксида водорода (*избегать бурного газообразования!*). После добавления пероксида водорода отключить нагрев и оставить реакционную смесь перемешиваться на магнитной мешалке еще в течение ~20 мин.

Реакционный раствор профильтровать через бумажный фильтр («красная лента») в стакан объемом 100 мл. Фильтрат охладить до ~0 °С в кристаллизаторе со льдом и добавить 30 мл этилового спирта. Образовавшийся осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть дважды порциями по ~5 мл этанола, а затем таким же объемом диэтилового эфира. Высушить осадок током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 10–15 мин. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) перечислить возможные виды изомерии; г) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; д) привести выражение для константы β_6 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*
3. Приготовить в четырех пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. В первую пробирку добавить равный объем раствора сульфида натрия, во вторую – раствора хлорида бария, в третью – насыщенного раствора нитрата калия, в четвертую – разбавленного раствора серной кислоты. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

5. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить 5 · 10⁻³ М раствор полученного вещества в воде. Разбавить полученный раствор в 10 раз в другой мерной колбе объемом 100 мл.

а) Измерить удельную электропроводность χ свежеприготовленного 5 · 10⁻⁴ М раствора и *рассчитать молярную электропроводность μ .*

б) Записать электронный спектр поглощения свежеприготовленного 5 · 10⁻⁴ М раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \epsilon$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая характеристика моногидрата гексанитрокобальтата(III) натрия

Моногидрат гексанитрокобальтата(III) натрия – желтые кристаллы, хорошо растворимые в воде, малорастворимые в этаноле и диэтиловом эфире. В водном растворе при нагревании разрушается. При нагревании в твердом виде разлагается при температуре выше 200 °С.

Литературный источник

Руководство по неорганическому синтезу: в 6 т. / Под ред. Г. Брауэра. М. : Мир, 1985. Т. 5. С. 1786.

9.2.6. Тригидрат трис(оксалато)алюмината(III) калия **$K_3[Al(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$**

Получение тригидрата трис(оксалато)алюмината(III) калия

В стакан объемом 50 мл поместить 6,7 г октадекагидрата сульфата алюминия и 8 мл 30 %-го раствора гидроксида натрия. Выделившийся белый осадок гидроксида алюминия отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть на фильтре несколько раз водой до отсутствия реакции на сульфат-ион и аккуратно перенести в стакан объемом 250 мл.

В стакан с осадком прилить 80 мл воды, добавить 5,5 г моногидрата оксалата калия и 3,8 г дигидрата щавелевой кислоты. Накрыть стакан часовым стеклом и кипятить реакционную смесь на электроплитке до полного растворения исходного гидроксида алюминия. Раствор перенести в выпарительную чашку и упарить на водяной бане до начала кристаллизации. Горячий раствор с осадком охладить вначале до комнатной температуры, а затем до ~0 °С

в кристаллизаторе со льдом. Образовавшиеся кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера и высушить между листами фильтровальной бумаги. Перенести вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) перечислить возможные виды изомерии; г) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; д) привести выражение для константы β_3 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Приготовить в трех пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить по каплям равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во второй – столько же концентрированного раствора аммиака. Раствор полученного соединения из третьей пробирки по каплям прилить к раствору перманганата калия, подкисленного серной кислотой. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

5. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить $2 \cdot 10^{-2}$ М раствор полученного вещества в воде. Измерить удельную электропроводность χ раствора и *рассчитать молярную электропроводность μ .*

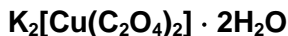
Общая характеристика тригидрата трис(оксалато)алюмината(III) калия

Тригидрат трис(оксалато)алюмината(III) калия – бесцветное кристаллическое вещество, хорошо растворимое в воде и этиловом спирте. Разлагается при нагревании выше 120 °С.

Литературный источник

Неорганические синтезы. Сборник 1 / Под ред. Д. И. Рябчикова. М. : Иностранная литература, 1951. С. 40.

9.2.7. Дигидрат бис(оксалато)купрата(II) калия



Получение дигидрата бис(оксалато)купрата(II) калия

Предварительно приготовить два раствора. В стакане объемом 100 мл растворить 2,5 г пентагидрата сульфата меди(II) в 10 мл воды. В другом стакане объемом 50 мл растворить 7,4 г моногидрата оксалата калия в 20 мл воды. Оба раствора нагреть на электроплитке до $\sim 90^\circ\text{C}$.

Горячий раствор оксалата калия при постоянном перемешивании быстро добавить в нагретый раствор соли меди. Продолжить перемешивание еще 3–5 мин и медленно охладить смесь до 10°C . При охлаждении наблюдать образование голубых кристаллов.

Осадок отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть сначала 2–3 мл ледяной воды, затем – ~ 5 мл этанола. Высушить осадок на фильтре током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 15–20 мин. Перенести осадок в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; г) привести выражение для константы β_2 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.

2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Приготовить в трех пробирках по ~ 1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько же раствора сульфида натрия, в третью – такой же объем раствора аммиака. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика дигидрата бис(оксалато)купрата(II) калия

Дигидрат бис(оксалато)купрата(II) калия – голубые кристаллы, растворимые в теплой воде, плохорастворимые в органических растворителях. В растворе медленно разлагается с образованием осадка оксалата меди(II), разложение ускоряют сильные кислоты. При нагревании в твердом виде вещество теряет воду при температуре выше 150 °С, выше 260 °С – полностью разлагается.

Литературные источники

1. Руководство по неорганическому синтезу: в 6 т. / Под ред. Г. Брауэра. М. : Мир, 1985. Т. 4. С. 1082.
2. Практикум по неорганической химии / Под ред. Ю. Д. Третьякова. М. : Академия, 2004. С. 206.

9.2.8. Моногидрат бис(глицинато)меди(II) **[Cu(NH₂CH₂COO)₂] · H₂O**

Получение моногидрата бис(глицинато)меди(II)

В коническую колбу объемом 100 мл поместить 2 г основного карбоната меди(II) Cu₂(OH)₂CO₃, добавить 30 мл воды и 6 г глицина NH₂CH₂COOH. Колбу прикрыть небольшой стеклянной конической воронкой, выполняющей роль обратного холодильника, и кипятить реакционную смесь на электроплитке до тех пор, пока на стенках и дне колбы не образуются чешуйки пластинчатой модификации бис(глицинато)меди(II).

Темно-синий раствор охладить до комнатной температуры. Образовавшиеся кристаллы отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть ~5 мл охлажденной до ~0 °С воды и таким же объемом этилового спирта. Перенести вещество в тарированную чашку Петри, высушить его в сушильном шкафу при 40–50 °С и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) написать уравнение реакции диссоциации в водном растворе; г) привести выражение для константы β₂.

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и *описать их*.
2. Небольшое количество полученного вещества (на кончике шпателя) поместить в сухую пробирку и нагреть в пламени спиртовки. *Что наблюдается? Написать уравнение реакции.*

3. Небольшое количество полученного соединения поместить в две пробирки. В первую пробирку налить ~1 мл раствора серной кислоты, во вторую – столько же концентрированного раствора аммиака. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

5. В мерной колбе объемом 100 мл приготовить 1 · 10⁻² М раствор полученного вещества в воде.

а) Измерить удельную электропроводность χ свежеприготовленного раствора и *рассчитать молярную электропроводность μ .*

б) Разбавить полученный раствор в 100 раз в другой мерной колбе объемом 100 мл. Записать электронный спектр поглощения свежеприготовленного 1 · 10⁻⁴ М раствора в области 350–800 нм. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \epsilon_i$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая характеристика моногидрата бис(глицината)меди(II)

Моногидрат бис(глицината)меди(II) – кристаллы голубого цвета, плохо растворяются в воде, нерастворимы в этаноле. В кристаллическом состоянии существует в виде двух модификаций: игольчатая (образуется при кратковременном нагревании реакционного раствора) и пластинчатая (образуется при более продолжительном нагревании реакционного раствора). Модификации отличаются по свойствам (табл. 21).

Литературный источник

Новаковский М. С. Лабораторные работы по химии комплексных соединений. Харьков: Изд-во Харьковского университета, 1964. С. 79.

Таблица 21

Свойства кристаллических модификаций [Cu(NH₂CH₂COO)₂] · H₂O

Свойство	Игольчатая модификация	Пластинчатая модификация
Растворимость в воде при 25 °С, моль/л	0,0393	0,0246
Удаление кристаллизационной молекулы воды	при температуре выше 130 °С	при температуре выше 105 °С
Электропроводность	неэлектролит	неэлектролит

9.2.9. Нитрат тетраакис(тиокарбамид)кобальта(II) [Co(Thio)₄](NO₃)₂

Получение нитрата тетраакис(тиокарбамид)кобальта(II)

Растереть в разных ступках реагенты – гексагидрат нитрата кобальта(II) и тиомочевину. Взвесить 1,4 г гексагидрата нитрата кобальта(II) и 1,6 г тиомочевины. Навески смешать в одной ступке и тщательно растирать до образования однородной пасты бирюзового цвета.

Образовавшееся комплексное соединение очистить перекристаллизацией из *n*-бутанола. Для этого полученную пасту аккуратно перенести в стакан объемом 100 мл и прилить (в вытяжном шкафу!) 50 мл *n*-бутанола. Нагревать содержимое стакана на кипящей водяной бане при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой в течение ~15 мин. Затем горячий раствор быстро профильтровать от нерастворившегося вещества через складчатый фильтр («желтая лента») в выпарительную чашку. Фиолетовый фильтрат упарить на водяной бане до минимального объема (5–10 мл).

Охладить оставшийся раствор до комнатной температуры. Образовавшиеся блестящие бирюзовые кристаллы отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть на фильтре ~5 мл охлажденного до ~0 °С *n*-бутанола и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение 15–20 мин. Перенести вещество в тарированную чашку Петри и взвесить.

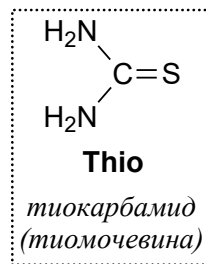
Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) перечислить возможные виды изомерии; г) привести выражение для константы β₄.

Изучение некоторых свойств полученного вещества

1. Рассмотреть кристаллы под микроскопом и описать их.
2. Используя нагревательный столик «Бозэиус», определить температуру плавления полученного вещества. Сравнить полученное значение со справочными данными.

3. Небольшое количество (на кончике шпателя) полученного соединения поместить в пробирку и добавить ~1 мл воды (если сразу ничего не происходит, оставить пробирку на некоторое время). Что наблюдается? Написать уравнение реакции.



4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области 4000–400 см⁻¹. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

Общая характеристика нитрата тетраакис(тиокарбамид)кобальта(II)

Нитрат тетраакис(тиокарбамид)кобальта(II) – кристаллы бюрюзового цвета. В водном растворе комплекс разрушается. Температура плавления 125 °С.

Литературный источник

Могилевкина М. Ф., Максаков В. А. Практикум по неорганической химии. Вып. 1. Новосибирск : НГУ, 2002. С. 45.

9.2.10. Моногидрат нитрата гексаакис(тиокарбамид)никеля(II)
[Ni(Thio)₆](NO₃)₂ · H₂O

Получение моногидрата нитрата гексаакис(тиокарбамид)никеля(II)

Растереть в разных ступках реагенты – гексагидрат нитрата никеля(II) и тиомочевину. Взвесить 1,2 г гексагидрата нитрата никеля(II) и 1,9 г тиомочевины. Приготовить насыщенные растворы реагентов в этиловом спирте, как описано ниже.

В стакан объемом 100 мл поместить навеску тиомочевины и прилить 45 мл этанола. Накрыть стакан часовым стеклом и при перемешивании на магнитной мешалке и небольшом нагревании (~50 °С) полностью растворить тиомочевину.

В другой стакан объемом 10 мл поместить навеску гексагидрата нитрата никеля(II) и прилить 4 мл этанола и, накрыв стакан часовым стеклом, растворить соль в спирте при небольшом нагревании (~50 °С).

Раствор нитрата никеля(II) добавить при перемешивании в стакан с раствором тиомочевины. Образовавшуюся реакционную смесь перенести в фарфоровую чашку и упаривать на водяной бане до появления по краям раствора первых кристалликов.

Упаренный раствор охладить сначала до комнатной температуры, а затем до ~0 °С в кристаллизаторе со льдом. Образовавшиеся кристаллы отфильтровать на стеклянном пористом фильтре (100 пор), промыть ~5 мл охлажденного до ~0 °С этилового спирта и высушить током воздуха при включенном водоструйном насосе в течение ~15 мин. Вещество перенести в тарированную чашку Петри и взвесить.

Написать уравнение реакции и рассчитать выход продукта.

Для полученного комплексного соединения: а) указать координационное число центрального атома; б) привести структурную формулу и геометрию внутренней сферы; в) перечислить возможные виды изомерии; г) привести выражение для константы β_6 .

Изучение некоторых свойств полученного вещества

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

2. Используя нагревательный столик «Бюэциус», определить температуру плавления полученного вещества. *Сравнить полученное значение со справочными данными.*

3. Приготовить в двух пробирках по ~1 мл водного раствора полученного соединения. К раствору в первой пробирке добавить равный объем разбавленного раствора гидроксида натрия, во вторую пробирку добавить столько же раствора сульфида натрия. *Отметить все наблюдения и написать уравнения реакций.*

4. Небольшое количество полученного соединения поместить в сухую пробирку и отдать для регистрации ИК-спектра в области $4000\text{--}400\text{ см}^{-1}$. *Найти в спектре характеристичные полосы поглощения и сравнить их положение с описанными в литературе данными. Результаты представить в виде табл. 6, с. 47.*

5. В мерной колбе объемом 50 мл приготовить $5 \cdot 10^{-2}$ М раствор полученного вещества в этиловом спирте и записать электронный спектр поглощения раствора в области $350\text{--}800\text{ нм}$. *Для максимумов полос поглощения рассчитать логарифмы молярных коэффициентов экстинкции ($\lg \varepsilon$) и сравнить их с литературными данными.*

Общая моногидрата нитрата гексакис(тиокарбамид)никеля(II)

Моногидрат нитрата гексакис(тиокарбамид)никеля(II) – темно-зеленые кристаллы, хорошо растворимые в воде и умеренно растворимые в этаноле. Разлагается при нагревании выше $135\text{ }^\circ\text{C}$.

Литературный источник

Новаковский М. С. Лабораторные работы по химии комплексных соединений. Харьков: Изд-во Харьковского университета, 1964. С. 82.

Приложения

Приложение 1. Порядок работы на приборах

Электронные весы

В лаборатории используются электронные весы различных моделей, внешний вид и расположение органов управления которых могут отличаться. В настоящем приложении описаны общие подходы к использованию электронных весов. Большинство весов снабжено внутренней системой калибровки, которая производится автоматически при включении весов.

1. Включение электронных весов

1.1. Перед включением весов необходимо убедиться, что они находятся в строго горизонтальном положении. На корпусе любых весов располагается пузырьковый уровень. Пузырек воздуха должен располагаться точно по центру уровня (рис. 33, б). Регулировка положения весов осуществляется за счет вращения опорных ножек. Для точной регулировки весов необходимо обратиться к преподавателю или лаборанту.

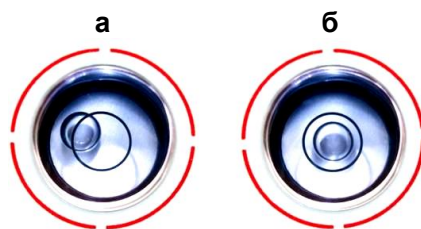


Рис. 33. Положение пузырькового уровня электронных весов
а – неправильно; б – правильно

1.2. Необходимо убедиться, что чаша весов чистая и не содержит остатков веществ от предыдущих взвешиваний, а также проверить, закрыты ли шторки на кожухе весов, если весы им снабжены.

1.3. Нажать кнопку «On/Off» на короткое время. Дисплей весов засветится, на нем появятся различные сегменты. Программное обеспечение запустит процесс самокалибровки весов. Если весы не снабжены самокалибровкой, то для ее проведения на чашу весов требуется поставить гирию фиксированной массы (за уточнением обратитесь к преподавателю). Индикатором проведения самокалибровки могут служить надписи «ADJ», «CAL» и подобные им. Исчезновение данных надписей свидетельствует о том, что калибровка завершена. При этом дисплей должен показывать массу «0,000 г». Дать весам прогреться (15–20 мин.).

2. Взвешивание на электронных весах

2.1. Для каждой весов существует ограничение по максимально допустимой массе взвешивания, которая, как правило, указана на лицевой части весов. Во избежание порчи весов запрещено взвешивание образцов большей массы, чем максимально допустимая.

- 2.2. Если показания на весах отличаются от 0, нажать клавишу «>O/T<» или «Zero» (в зависимости от модели весов).
- 2.3. Поместить на платформу весов образец и закрыть шторки на кожухе весов. На дисплее появится его вес. Необходимо дождаться стабильного показания массы образца и записать ее в лабораторный журнал.
- 2.4. В случае взвешивания неустойчивых предметов (например, круглодонных колб) необходимо использовать специальные подставки или стакан (рис. 34).



Рис. 34. Взвешивание неустойчивых предметов

3. Тарирование электронных весов

Эта операция позволяет получить чистый вес образца (массу нетто), взвешиваемого в контейнере.

- 3.1. Поставить на чашку весов пустой бюкс (стакан, чашку Петри и т. д.), закрыть шторки кожуха и дождаться постоянной массы. Записать ее в лабораторный журнал.
- 3.2. Нажать клавишу «>O/T<» (или «Zero»). Показания дисплея обнулятся. При этом вес тары сохраняется в памяти весов. Она будет отображена на дисплее со знаком «-», если тару убрать с чаши.
- 3.3. Открыть шторки кожуха и добавить в тару взвешиваемый образец. На дисплее отобразится его вес (масса нетто). Закрыть шторки кожуха и дождаться постоянной массы. Записать ее в лабораторный журнал.

4. Выключение электронных весов

- 4.1. Нажать кнопку «On/Off» на короткое время. Дисплей весов погаснет.
- 4.2. Убедиться, что на чаше весов не осталось посторонних предметов и остатков веществ. При необходимости удалить инородные предметы. Закрыть шторки кожуха весов.

Магнитные мешалки «IKA» и «Daihan»

Магнитная мешалка представляет собой прибор, внутри которого находится электродвигатель. Сосуд с раствором ставят на специальную платформу магнитной мешалки, в раствор помещают магнитный перемешивающий элемент («якорек», рис. 35). «Якорек» приводится в движение магнитами электродвигателя и перемешивает раствор.

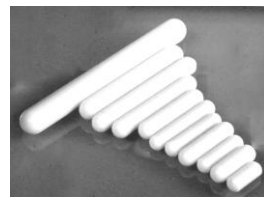


Рис. 35. «Якорьки»

Длину «якорька» подбирают таким образом, чтобы она была приблизительно равна или чуть меньше радиуса круглодонной колбы или дна стакана (конической или плоскодонной колбы).

Порядок работы на магнитной мешалке IKA C-MAG HS4 digital

- Внешний вид и показания дисплея

Внешний вид магнитной мешалки с подогревом IKA C-MAG HS 4 digital и показания, которые могут отображаться на ее дисплее, приведены на рис. 36.

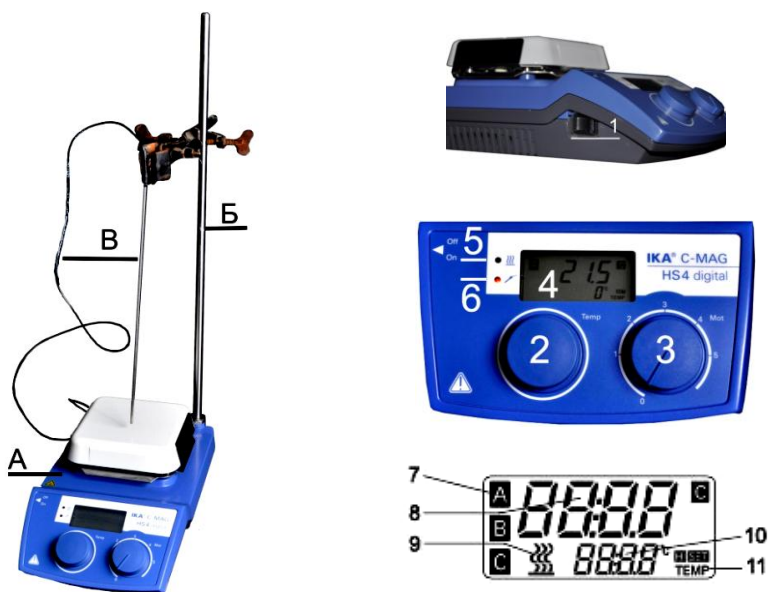


Рис. 36. Внешний вид и показания дисплея мешалки IKA C-MAG HS 4 digital

- A – магнитная мешалка; Б – штатив с зажимом-лапкой; В – температурный датчик РТ 1000;
1 – кнопка вкл./выкл. электропитания; 2 – ручка регулировки температуры нагрева «Temp»;
3 – ручка регулировки скорости перемешивания «Mot»; 4 – дисплей; 5 – индикатор нагрева;
6 – индикатор подключения температурного датчика РТ 1000;
7 – индикатор установленного режима работы; 8 – фактическая температура;
9 – индикатор подачи энергии на нагревательный элемент; 10 – заданная температура;
11 – индикатор включения функции нагрева «HI TEMP»

- *Режимы работы*

А Установленная температура после выключения мешалки сбрасывается на 0. Функция нагрева изначально выключена. В этом режиме нагрев возможен только при использовании датчика температуры РТ 1000.

В Все установленные значения сохраняются после выключения мешалки. Нагрев возможен без использования датчика температуры РТ 1000. Установленная заданная температура соответствует температуре нагревательной поверхности, ее можно изменять в процессе работы.

С Все установленные значения сохраняются после выключения мешалки. Нагрев возможен без датчика температуры РТ 1000. Установленная заданная температура соответствует температуре нагревательной поверхности, заданной в режиме **В**. Больше ее изменять нельзя. Изменение значений возможно только после перехода в режим **А** или **В**.

- *Изменение режима работы*

Различные режимы работы можно устанавливать только по очереди. Порядок переключения **А** → **В** → **С** → **А** → **В** → **С** → **А** и т. д. Для изменения режима после включения мешалки следует выполнить следующие действия:

1. Выключить мешалку (кнопка 1, см. рис. 36).
2. Нажать и удерживать ручку управления 2 нажатой.
3. Включить мешалку (кнопка 1).
4. Отпустить ручку управления 2, как только на дисплее появится изображение.
5. Повторять процедуру до тех пор, пока не будет выбран необходимый режим.

- *Установка максимальной температуры нагрева*

В режиме **А** возможно задание максимальной температуры нагревания поверхности мешалки. Это значение ограничивает максимальную температуру нагрева во всех режимах. Предельное значение допустимой температуры составляет 500 °С. Для установки максимальной температуры необходимо:

1. Перейти в режим **А**. При этом после включения прибора на дисплее в поле отображения фактической температуры 8 появится значение 500 °С (либо другое, установленное ранее), а рядом с индикатором 11 «HI TEMP» – мигающий индикатор «SET».
2. Установить с помощью ручки управления 2 «Temp» необходимую максимальную температуру нагрева.
3. Подождать несколько секунд, пока индикатор «SET» не перестанет мигать.
4. Продолжить работу с магнитной мешалкой.

- *Перемешивание*

1. Включить мешалку (кнопка 1, см. рис. 36).
2. Вращая ручку управления 3 «Mot», установить скорость перемешивания.

- *Работа с использованием датчика температуры PT 1000*

1. При отключенном электропитании подсоединить измерительный датчик PT1000 к гнезду на задней части мешалки.
2. Включить мешалку (кнопка 1, см. рис. 36). При этом должен гореть светодиодный индикатор 6, а на дисплее отображаться фактическая температура 8 (соответствующая температуре датчика, помещенного в реакционную среду).
3. Если необходимо, установить скорость перемешивания, как описано выше.
4. Если необходимо, проводить нагревание реакционной смеси с фиксацией ее температуры термодатчиком, установить с помощью ручки управления 2 «Temp» необходимую температуру нагрева реакционной смеси (позиция 10 дисплея). Значение заданной температуры будет поддерживаться автоматически: светодиодный индикатор 5 и символ подачи электроэнергии 9 будут загораться при включении нагрева.

- *Нагревание без использования датчика температуры PT 1000*

1. Включить мешалку (кнопка 1, см. рис. 36).
2. Если необходимо, установить скорость перемешивания, как описано выше.
3. Для нагревания реакционной смеси без использования термодатчика и с возможностью изменения температуры нагрева в процессе работы (режим **B**) установить с помощью ручки управления 2 «Temp» необходимую температуру нагревательной поверхности (позиция 10 дисплея). Значение заданной температуры будет поддерживаться автоматически: светодиодный индикатор 5 и символ подачи электроэнергии 9 будут загораться при включении нагрева.

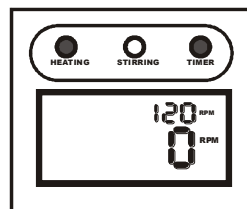
Порядок работы на магнитной мешалке Daihan Wister MSH-20D

- *Внешний вид и показания дисплея*

Внешний вид магнитной мешалки с подогревом Daihan Wister MSH-20D и показания, которые могут отображаться на ее дисплее, приведены на рис. 37.

- *Режимы работы и их установка*

1. Включить мешалку (кнопка на задней панели).
2. Изначально мешалка находится в режиме перемешивания «Stirring mode» (мигающий светодиодный индикатор 3 б «stirring»). При этом в верхней части дисплея должна показываться требуемая скорость перемешивания, а в нижней – текущая. Вращая ручку 1 «Turn & Push», необходимо выставить нужную величину скорости перемешивания в верхнем поле дисплея. Для подтверждения выбранной величины необходимо нажать ручку «Turn & Push» и дождаться, когда скорость перемешивания достигнет выставленного значения (нижнее поле дисплея).



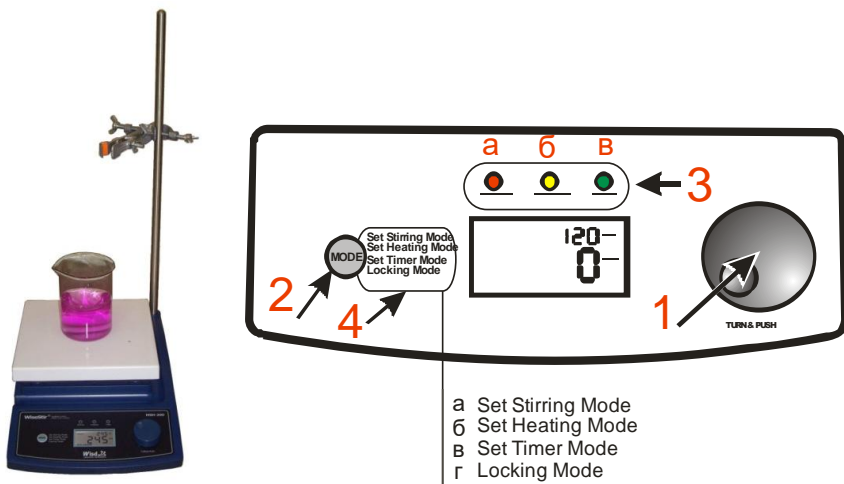


Рис. 37. Внешний вид и показания дисплея мешалки Daihan Wister MSH-20D

1 – ручка установки значений «Turn & Push»; 2 – кнопка «Mode» для выбора режимов;

3 – светодиодные индикаторы: а – нагрев, б – перемешивание, в – таймер;

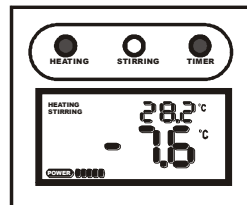
4 – установка режимов работы: а – перемешивание, б – нагрев, в – таймер, г – блокировка

3. Для исключения возможности автоматического включения нагрева во время эксперимента, необходимо выполнить следующие действия:

– перейти в режим установки температуры «Heating mode»: один раз нажать кнопку «Mode» (при этом в верхней части дисплея показывается требуемая температура, а в нижней – текущая; лампочка «stirring» горит постоянно);

– отключить нагрев: выставить верхнее значение температуры на дисплее на 0, вращая ручку «Turn & Push», и подтвердить установленное значение, нажав ручку «Turn & Push».

4. Для калибровки термодатчика относительно ртутного термометра или другого стандарта необходимо выйти в режим калибровки. Для этого нажать кнопку «Mode», не отпуская ее, нажать и отпустить «Turn & Push», и лишь после этого отпустить кнопку «Mode». При этом на дисплее в верхней части показывается измеряемая температура, а в нижней части – температурная поправка. Вращая «Turn & Push», необходимо выставить такое значение поправки, чтобы верхнее значение температуры, измеряемой термодатчиком, соответствовало температуре, показываемой ртутным термометром (стандартом). Для окончания калибровки необходимо нажать кнопку «Mode».



Световой микроскоп «Carl Zeiss Stemi 2000»


При работе на микроскопе Carl Zeiss Stemi 2000 с возможностью фотофиксации объектов наблюдения и управлением с компьютера во избежание заражения вирусными программами *категорически запрещается использование собственных flash-накопителей.*

- *Порядок работы*

1. Включить компьютер.
2. Войти в систему под пользователем «User» (пароль не требуется).
3. Включить фотокамеру (кнопка «ON/OFF» на панели управления фотокамерой, рис. 38).



Рис. 38. Внешний вид панели управления фотокамерой микроскопа «Carl Zeiss Stemi 2000»

4. Запустить программу «AxioVision». 
5. В открывшемся окне в нижней строке панели инструментов необходимо выбрать камеру Canon PowerShot G9 (если она не выбрана по умолчанию). В случае отсутствия камеры в списке необходимо убедиться, что она включена. Для работы необходимо использовать две кнопки: «Live», показывающую изображение на матрице фотоаппарата в режиме реального времени, и «Snap», делающую снимок изображения.



6. Поместить рассматриваемый объект на предметный столик микроскопа.
7. Включить освещение на микроскопе с помощью блока питания (рис. 39; ручка должна находиться в положении «I»).
8. В микроскопе установлено зеркало, направляющее изображение либо в окуляр микроскопа (в этом случае мы видим стереоизображение), либо на матрицу фотоаппарата. Для регулировки положения зеркала используется ручка I (см. рис. 40).



Рис. 39. Внешний вид блока питания микроскопа «Carl Zeiss Stemi 2000»

9. С помощью элементов управления микроскопа (рис. 40) выставить необходимое увеличение (ручка 2) и резкость (ручка 3).

10. В открытом окне программы «AxioVision» нажать кнопку «Live», при этом на мониторе компьютера должно отобразиться увеличенное изображение кристаллов. В случае если изображение отсутствует (черный экран), перевести ручку 1 в другое положение.

11. На нижней панели инструментов выбрать установленное ручкой 2 увеличение и режим «A. Best Fit», дающий оптимальные установки баланса белого, экспозиции и т. п.



Рис. 40. Микроскоп «Carl Zeiss Stemi 2000»

1 – регулировка положения зеркала;
2 – регулировка увеличения;
3 – регулировка резкости



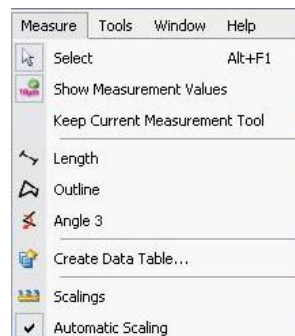
12. Нажать кнопку «Snap» на нижней или верхней панели инструментов. При этом будет сделан снимок, появится окно, показывающее перенос информации с фотоаппарата, а затем откроется окно с фотографией образца. Окно открывается под окном режима «Live». Для того чтобы перейти к анализу и редактированию фотографии, необходимо вначале закрыть окно режима «Live».

13. В открывшемся окне с фотографией с помощью инструментов в нижней панели добиться оптимального баланса контрастности изображения (кнопки «Best Fit», «Min/Max» ().



14. Возможно измерить линейные параметры кристаллов исследуемого образца. Для этого в верхней панели инструментов выбрать меню «Measure» → «Length».

15. С помощью левой кнопки мышки выделить начало и конец изучаемого объекта. Корректность измеряемой длины зависит от выставленного ранее параметра увеличения микроскопа (см. п. 11).



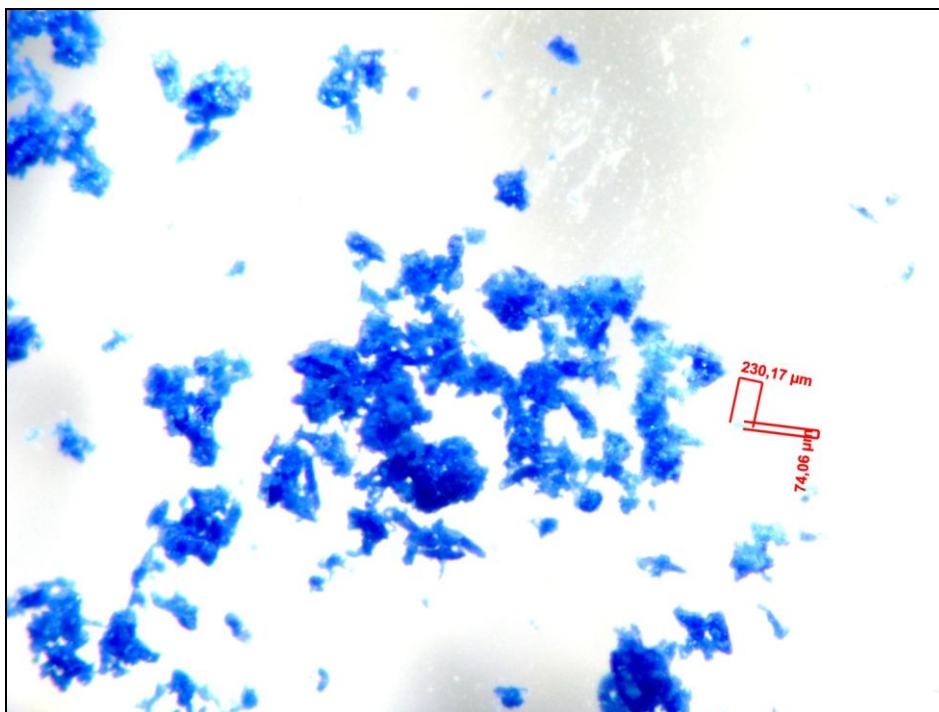


Рис. 41. Изображение, полученное с помощью микроскопа «Carl Zeiss Stemi 2000»

16. Через меню «File» → «Save as» в верхней панели инструментов сохранить файл. В результате проделанных операций можно получить изображение, подобное приведенному на рис. 41.

Многофункциональный прибор «Анион»

Внешний вид многофункционального прибора «Анион» и панели управления в различных измерительных режимах приведен на рис. 42.

Порядок работы в режиме кондуктометра

- *Общие правила работы*

Кондуктометрический датчик должен быть погружен в раствор так, чтобы окошко датчика было полностью закрыто раствором. После окончания измерений датчик необходимо тщательно промыть дистиллированной водой и высушить фильтровальной бумагой.

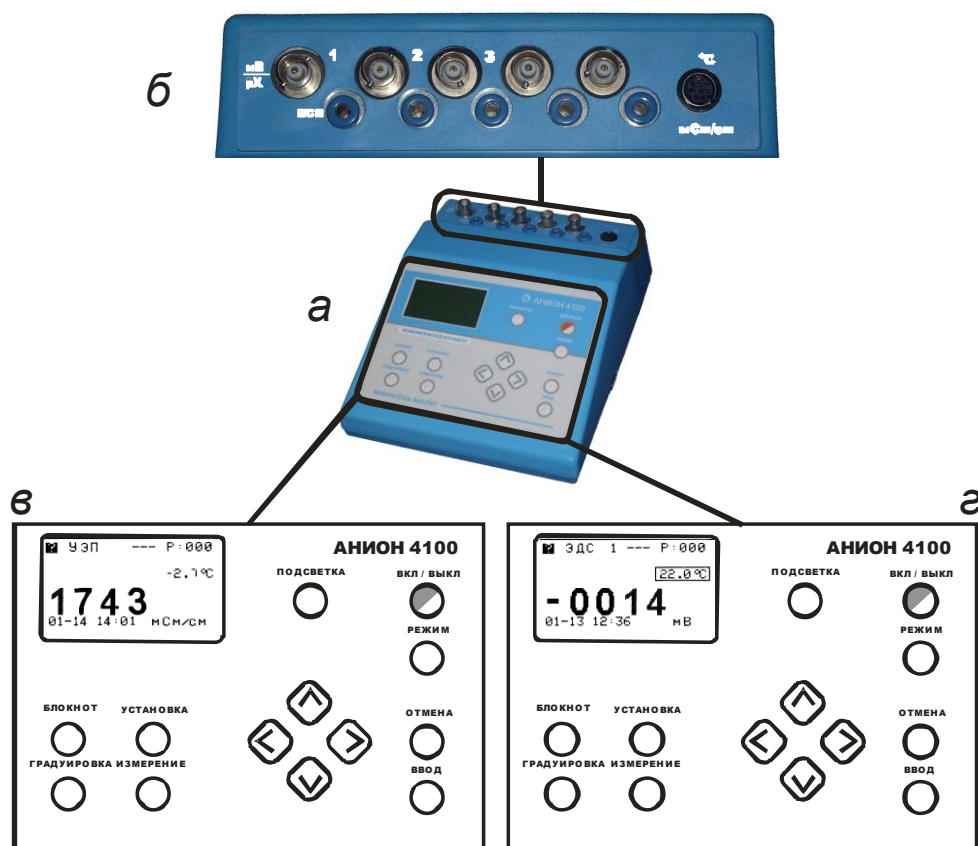


Рис. 42. Внешний вид и панели управления прибора «Анион 4100»

а – общий вид прибора «Анион»; *б* – панель с каналами для подключения электродов;

в – схема панели управления в режиме кондуктометра;

г – схема панели управления в режиме иономера

- *Проведение кондуктометрических измерений*

1. Подключить к прибору адаптер питания и включить его в электросеть. Включить прибор кнопкой «ВКЛ/ВЫКЛ».
2. Нажать кнопку «РЕЖИМ» и стрелками « \blacktriangleleft » (вверх) и « \blacktriangleright » (вниз) выбрать режим «кондуктометр». Нажать «ВВОД».
3. Прибор готов к проведению кондуктометрических измерений. Погрузить датчик в исследуемый раствор и дождаться постоянного значения электропроводности.

Внимание! В зависимости от проводимости раствора прибор автоматически выдает результат в мСм / см или в мкСм / см (размерность данных указана в правом нижнем углу дисплея (см. рис. 42, в)).

Порядок работы в режиме рН-метра

- *Общие правила работы*

При измерении рН растворов нижняя часть электрода должна быть погружена в исследуемый раствор на 1–2 см (стеклянный шарик электрода должен быть полностью погружен в раствор). Если необходимо провести ряд последовательных измерений разных растворов, то после каждого измерения электрод следует ополоснуть дистиллированной водой и аккуратно удалить оставшиеся капли жидкости, слегка промокнув шарик фильтровальной бумагой.

После окончания работы электрод необходимо ополоснуть несколько раз дистиллированной водой, удалить капли фильтровальной бумагой и погрузить его для хранения в специальный раствор.

Внимание! Поверхность стеклянного шарика электрода ни в коем случае нельзя вытирать!

- *Проведение измерений рН*

1. Подключить стеклянный электрод и датчик автоматической температурной компенсации (АТК) в соответствующие гнезда на верхней панели прибора (см. рис. 42, б).
2. Подключить к прибору адаптер питания и включить его в электросеть. Включить прибор кнопкой «ВКЛ/ВЫКЛ».
3. Нажать кнопку «РЕЖИМ» и стрелками « \blacktriangleleft » (вверх) и « \blacktriangleright » (вниз) выбрать режим «рН-метр». Нажать «ВВОД».
4. Для ввода режима учета данных датчика АТК следует установить маркер на дисплее на позицию «---» и нажать кнопку «ВВОД». В зоне маркера появится надпись «АТК», а измеренные значения рН будут далее выводиться на экран с учетом разности температур.
5. Прибор готов к проведению измерений рН. Погрузить электрод и датчик температуры в исследуемый раствор. Датчик температуры не должен касаться

электрода и стенок стакана с раствором. Затем нажать кнопку «ИЗМЕРЕНИЕ» и на экране появится значение рН с учетом реальной температуры раствора.

Порядок работы в режиме иономера / потенциометра

- *Общие правила работы*

При измерении ЭДС нижняя часть хлорсеребряного электрода должна быть погружена в исследуемый раствор на ~1 см (стеклянный шарик электрода должен быть полностью погружен в раствор). Если необходимо провести ряд последовательных измерений разных растворов, то после каждого измерения электрод следует ополоснуть дистиллированной водой и аккуратно удалить оставшиеся капли жидкости, слегка промокнув шарик фильтровальной бумагой.

После окончания работы электрод необходимо ополоснуть несколько раз дистиллированной водой, удалить капли фильтровальной бумагой и погрузить его для хранения в специальный раствор.

Внимание! Поверхность стеклянного шарика электрода ни в коем случае нельзя вытирать!

- *Проведение измерений ЭДС*

1. Прибор «Анион» имеет пять каналов измерения (см. рис. 42, б). ЭДС можно измерять на любом канале. У каждого канала есть гнездо для измерительного электрода (верхний ряд) и электрода сравнения (нижний ряд). При измерении электроды (измерительный и вспомогательный (сравнения)) необходимо подключать на один и тот же канал. Подсоединить электроды к одному (любому) каналу.
2. Подключить к прибору адаптер питания и включить его в электросеть. Включить прибор кнопкой «ВКЛ/ВЫКЛ».
3. Нажать кнопку «РЕЖИМ» и стрелками « \wedge » (вверх) и « \vee » (вниз) выбрать режим «ЭДС». Нажать «ВВОД».
4. Стрелками « \langle » (влево) и « \rangle » (вправо) выбрать номер канала, к которому подключены электроды.
5. Прибор готов к проведению измерений ЭДС. Погрузить электроды в исследуемый раствор. Электроды не должны касаться друг друга и стенок стакана с раствором. Затем нажать кнопку «ИЗМЕРЕНИЕ» и на экране появится значение E .

Приложение 2. Справочные данные

Растворимость солей в воде при различных температурах

Формула	Твердая фаза * (· n H ₂ O)	Растворимость безводного вещества (г / 100г воды)							
		10 °C	20 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C
AgNO ₃	–	172,5	227,9	284,6	342,5	405,1	465,0	541,0	635,3
AlCl ₃	6 H ₂ O	44,9	45,9	46,6	47,3	–	48,1	–	48,6
Al ₂ (SO ₄) ₃	18 H ₂ O	33,5	36,4	40,4	45,5	57,2	59,2	66,2	73,1
BaCl ₂	2 H ₂ O	33,3	35,7	38,2	40,7	43,6	46,4	49,4	52,4
CaCl ₂	6 H ₂ O	65,0	74,5	102,0	–	–	–	–	–
CaSO ₄	6 H ₂ O	0,1928	0,2036	0,2090	0,2097		0,2047	0,1974	0,1936
CoCl ₂	6 H ₂ O	47,7	52,9	59,7	69,2	–	–	–	–
	2 H ₂ O	–	–	–	–	88,7	93,8	95,3	97,6
Co(NO ₃) ₂	6 H ₂ O	–	100,0	111,4	126,8	–	–	–	–
	3 H ₂ O	–	–	–	–	–	167,4	184,9	220,5
CuCl ₂	2 H ₂ O	70,9	72,7	77,3	80,8	84,2	87,6	92,3	96,1
CuSO ₄	5 H ₂ O	17,4	20,7	25,0	28,5	33,3	40,0	47,1	55,0

* В данной колонке указан состав кристаллогидрата.

Формула	Твердая фаза * (· n H ₂ O)	Растворимость безводного вещества (г / 100г воды)							
		10 °C	20 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C
FeSO ₄	7 H ₂ O H ₂ O	20,5 –	26,5 –	32,9 –	40,2 –	48,6 –	– –	– 50,9	– 43,6
KCl	–	31,0	34,0	37,0	40,0	42,6	45,5	48,1	51,1
KAl(SO ₄) ₂	12 H ₂ O	4,9	5,9	8,4	11,7	17,0	24,8	40,0	71,0
K ₂ Cr ₂ O ₇	–	7,0	12,0	20,1	26,9	37,0	46,9	58,0	70,1
KNO ₂	–	–	306,7	–	334,8	–	349,4	–	376
K ₂ CO ₃	1,5 H ₂ O	108,3	110,5	113,7	116,9	121,3	126,8	133,5	139,2
Li ₂ CO ₃	–	1,43	1,33	1,25	1,17	1,08	1,01	–	0,85
NH ₄ Cl	–	33,3	37,2	41,4	45,8	50,4	55,2	60,2	65,6
NH ₄ HCO ₃	–	16,1	21,4	28,4	36,6	46,2	59,2	78,6	109,2
(NH ₄) ₂ SO ₄	–	72,7	75,4	78,1	81,2	84,3	87,4	90,6	94,1
(NH ₄) ₂ Fe(SO ₄) ₂	6 H ₂ O	16,1	22,5	–	33,0	39,9	53,4	–	73,0
NaCl	–	35,8	36,0	36,3	36,6	37,0	37,3	37,8	38,4
Na ₂ CO ₃	10 H ₂ O H ₂ O	12,5 –	21,5 –	38,8 –	– 48,5	– –	– 46,4	– 46,2	– 45,8
NaNO ₂	–	77,9	84,5	91,6	98,4	104,1	–	–	132,5
NaNO ₃	–	80	88	96	104	114	124	–	148

Формула	Твердая фаза * (· n H ₂ O)	Растворимость безводного вещества (г / 100г воды)							
		10 °C	20 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C
NaHCO ₃	–	8,15	9,6	11,1	12,7	14,45	16,4	–	–
Na ₂ SO ₃	7 H ₂ O	20,0	26,9	36,0	–	–	–	–	–
Na ₂ SO ₄	10 H ₂ O	8,2	16,1	–	–	–	–	–	–
	7 H ₂ O	23,4	32,5	–	–	–	–	–	–
	H ₂ O	–	–	–	32,5	–	31,0	–	30,2
Na ₂ S ₂ O ₃	5 H ₂ O	59,7	70,1	75,9 ^(25 °C)	91,2 ^(35 °C)	123,9 ^(45 °C)	–	–	–
	2 H ₂ O	–	–	–	–	–	191,3	223,2	229,0
NiCl ₂	6 H ₂ O	56,5	61,0	–	–	–	–	–	–
	4 H ₂ O	–	–	71,5	73,6	76,1	81,2	–	–
	2 H ₂ O	–	–	–	–	–	–	85,9	86,6
NiSO ₄	7 H ₂ O	32,0	–	42,5	–	–	–	–	–
	6 H ₂ O	–	–	–	–	50,1	54,8	59,44	63,17
Ni(NO ₃) ₂	6 H ₂ O	–	94,2	105,3	118,8	139,2	–	–	–
	4 H ₂ O	–	–	–	–	–	157,7	172,0	204,9
Pb(NO ₃) ₂	–	48,3	56,6	66,0	75,0	85,0	95,0	–	115,0
Pb(CH ₃ COO) ₂	3 H ₂ O	29,5	40,3	69,8	116,0	202,6	–	–	–
ZnSO ₄	7 H ₂ O	47,0	54,4	–	–	–	–	–	–
	6 H ₂ O	–	–	–	70,4	–	–	–	–
	H ₂ O	–	–	–	–	–	76,5	–	66,7

Плотность водных растворов кислот и оснований

Концентрация, масс, %	Плотность водных растворов (20 °С), г / см ³						
	H ₂ SO ₄	HNO ₃	HCl	CH ₃ COOH	KOH	NaOH	NH ₃
4	1,027	1,022	1,019	1,0052	1,033	1,046	0,963
8	1,055	1,044	1,039	1,0113	1,065	1,092	0,967
12	1,083	1,068	1,059	1,0171	1,100	1,137	0,953
16	1,112	1,093	1,079	1,0228	1,137	1,181	0,939
20	1,143	1,119	1,100	1,0284	1,176	1,225	0,926
24	1,174	1,145	1,121	1,0337	1,217	1,268	0,913
28	1,205	1,177	1,142	1,0388	1,263	1,310	0,903
32	1,223	1,198	1,163	1,0436	1,310	1,352	0,893
36	1,273	1,225	1,183	1,0481	1,358	1,395	0,884
40	1,307	1,251	–	1,0523	1,411	1,437	–
44	1,342	1,277	–	1,0562	1,460	1,478	–
48	1,380	1,303	–	1,0598	1,511	1,519	–
52	1,419	1,328	–	1,0631	1,564	1,560	–
56	1,460	1,351	–	1,0660	1,616	1,601	–
60	1,503	1,373	–	1,0685	–	1,643	–
64	1,547	1,394	–	1,0707	–	–	–
68	1,594	1,412	–	1,0725	–	–	–
72	1,640	1,429	–	1,0740	–	–	–
76	1,687	1,445	–	1,0747	–	–	–
80	1,732	1,460	–	1,0748	–	–	–
84	1,776	1,474	–	1,0742	–	–	–
88	1,808	1,486	–	1,0726	–	–	–
92	1,830	1,496	–	1,0696	–	–	–
96	1,840	1,504	–	1,0644	–	–	–
100	1,838	1,522	–	1,0553	–	–	–

Константы ионизации кислот и оснований

Кислота	Значения K_a в водных растворах при 25 °С		Основание	Значения K_b в водных растворах при 25 °С	
HNO_2	K_a	$5,1 \cdot 10^{-4}$	Ba(OH)_2	K_{b2}	$2,3 \cdot 10^{-1}$
CH_3COOH	K_a	$1,75 \cdot 10^{-5}$	Ca(OH)_2	K_{b2}	$4,0 \cdot 10^{-2}$
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	K_{a1} K_{a2}	$5,6 \cdot 10^{-2}$ $5,4 \cdot 10^{-5}$	NH_3 водн.	K_b	$1,8 \cdot 10^{-5}$
CO_2 водн.	K_{a1} K_{a2}	$4,5 \cdot 10^{-7}$ $4,8 \cdot 10^{-11}$	Pb(OH)_2	K_{b1} K_{b2}	$9,6 \cdot 10^{-4}$ $3,0 \cdot 10^{-8}$
H_3PO_4	K_{a1} K_{a2} K_{a3}	$7,1 \cdot 10^{-3}$ $6,2 \cdot 10^{-8}$ $5,0 \cdot 10^{-13}$	Al(OH)_3	K_{b1} K_{b2} K_{b3}	$7,4 \cdot 10^{-9}$ $2,1 \cdot 10^{-9}$ $1,1 \cdot 10^{-9}$
SO_2 водн.	K_{a1} K_{a2}	$1,4 \cdot 10^{-2}$ $6,2 \cdot 10^{-8}$			
H_2S водн.	K_{a1} K_{a2}	$1,0 \cdot 10^{-7}$ $2,5 \cdot 10^{-13}$			
Диметилглиоксим (ДМГН ₂)	K_{a1}	$8,0 \cdot 10^{-12}$			

Произведения растворимости малорастворимых веществ

<i>Соединение</i>	<i>Произведение растворимости (K_L) при 25 °C</i>	<i>Соединение</i>	<i>Произведение растворимости (K_L) при 25 °C</i>
AgCl	$1,6 \cdot 10^{-10}$	CaCO ₃	$4,8 \cdot 10^{-9}$
AgBr	$4,4 \cdot 10^{-13}$	CaSO ₄	$2,5 \cdot 10^{-5}$
AgI	$8,1 \cdot 10^{-17}$	CaC ₂ O ₄	$2,5 \cdot 10^{-9}$
AgNO ₂	$6,0 \cdot 10^{-4}$	CuCl	$1,2 \cdot 10^{-6}$
Ag ₃ PO ₄	$1,3 \cdot 10^{-10}$	CuC ₂ O ₄	$3,0 \cdot 10^{-9}$
Ag ₂ S	$6,3 \cdot 10^{-50}$	CuS	$6,3 \cdot 10^{-36}$
Al(OH) ₃	$3,2 \cdot 10^{-34}$	Fe(OH) ₃	$6,3 \cdot 10^{-38}$
AlPO ₄	$5,7 \cdot 10^{-19}$	Mg(OH) ₂	$5,5 \cdot 10^{-12}$
BaCO ₃	$4,0 \cdot 10^{-10}$	MgCO ₃	$2,1 \cdot 10^{-5}$
BaC ₂ O ₄	$1,0 \cdot 10^{-7}$	Ni(OH) ₂	$2,0 \cdot 10^{-15}$
BaCrO ₄	$1,2 \cdot 10^{-10}$	Ni(ДМГН) ₂	$2,3 \cdot 10^{-25}$
Ba ₃ (PO ₄) ₂	$6,0 \cdot 10^{-39}$	PbS	$2,5 \cdot 10^{-27}$
BaSO ₄	$1,0 \cdot 10^{-10}$	SrSO ₄	$3,2 \cdot 10^{-7}$

Логарифмы суммарных констант образования комплексов

<i>Соединение</i>	<i>lg (β_i)</i>
[Ag(NH ₃) ₂] ⁺	7,23
[Ag(NO ₂) ₂] ⁻	2,83
[Ag(S ₂ O ₃) ₂] ³⁻	13,46
[Al(C ₂ O ₄) ₃] ³⁻	16,3
[Co(NH ₃) ₆] ²⁺	4,39
[Co(NH ₃) ₆] ³⁺	35,21
[Co(En) ₃] ³⁺	48,69
[Cu(NH ₃) ₂] ⁺	10,84
[Cu(NH ₃) ₄] ²⁺	12,03
[Cu(En) ₂] ²⁺	20,13
[Cu(NH ₂ CH ₂ COO) ₂]	12,8
[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	36,9
[Fe(CN) ₆] ³⁻	43,9
[Ni(NH ₃) ₆] ²⁺	8,01
[Ni(En) ₃] ²⁺	19,11
[Zn(NH ₃) ₄] ²⁺	9,08

Приложение 3. Обработка данных в программе «Origin 6.0» (метод наименьших квадратов)

В качестве примера разберем анализ концентрационной зависимости потенциала Zn^{2+}/Zn относительно хлорсеребряного электрода. Обработка данных, полученных при проведении работ «Зависимость электродного потенциала медного электрода от концентрации $Cu(II)$ » и «Зависимость электродного потенциала $Fe(III)/Fe(II)$ от концентрации окисленной и восстановленной форм» производится аналогично описанной в этом разделе методике.

Значение стандартного электродного потенциала пары Zn^{2+}/Zn относительно водородного равно $-0,76$ В. Значение потенциала хлорсеребряного электрода, используемого в практикуме, относительно водородного равно $0,208$ В (это значение отображено на маркировке электрода). Таким образом, измеряя потенциал пары Zn^{2+}/Zn относительно хлорсеребряного электрода, мы будем получать значения потенциала этой пары относительно водородного электрода на $0,208$ В меньше.

В соответствии с уравнением Нернста потенциал этой пары описывается в виде:

$$E = E^{\circ} + (RT / 2F) \cdot \ln [Zn^{2+}] = E^{\circ} + 4,3 \cdot 10^{-5} \cdot T \cdot \ln [Zn^{2+}],$$

где T – температура исследуемого раствора. Если температура раствора составляет 298 К, то зависимость потенциала от концентрации выглядит следующим образом (табл. 22).

Таблица 22

Зависимость потенциала пары Zn^{2+}/Zn от концентрации

$C (Zn^{2+})$, моль/л	Электродный потенциал, E (В) относительно электрода	
	водородного	хлорсеребряного
1,0	-0,76	-0,968
0,1	-0,789	-0,997
0,01	-0,819	-1,027
0,001	-0,848	-1,056
0,0001	-0,878	-1,086
0,00001	-0,907	-1,115

Теперь предположим, что в правом столбце расположены наши экспериментальные данные, которые требуется обработать с использованием программы «Origin». Для этого необходимо выполнить следующие действия.

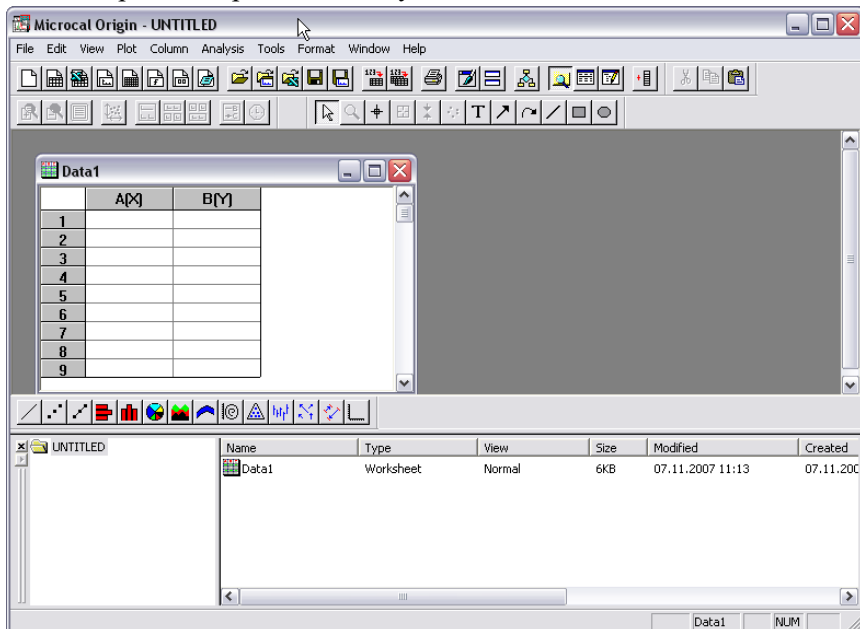
1. Включить компьютер и дождаться загрузки операционной системы.

2. Запустить программу «Origin» одним из следующих способов:

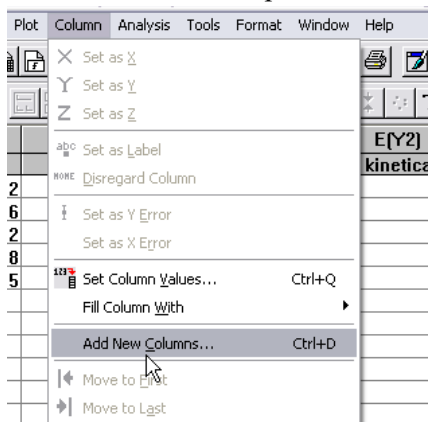
– двойным нажатием левой кнопки мыши на иконку программы «Origin» на рабочем столе;

– через меню «Пуск» → «Все программы» → «Microcal Origin 6.0» → «Origin 6.0».

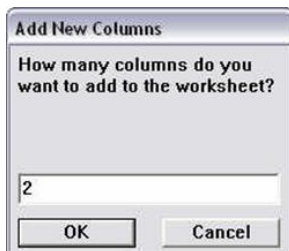
При этом на экране отображается следующее:



3. Для работы потребуется создать рабочий файл. Вначале необходимо добавить некоторое количество колонок. Их можно добавить через меню «Column» → «Add New Columns...» либо просто нажав Ctrl + D.



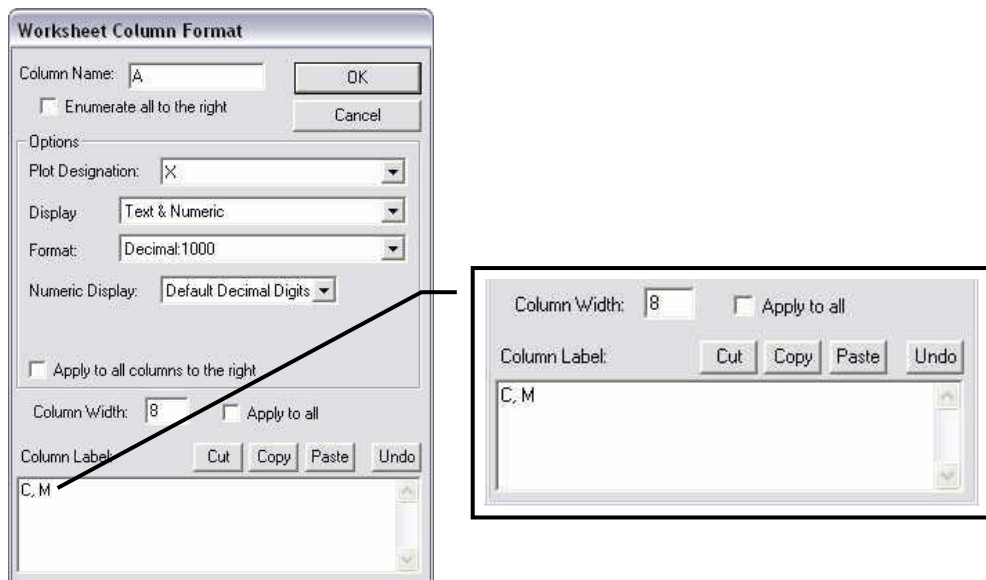
4. В появившемся окне ставим необходимое количество колонок, например, 2.



5. В столбец *A* необходимо внести значения концентраций, в столбец *B* – экспериментальные значения потенциалов.

	A(X)	B(Y)
1	1	-0,968
2	0,1	-0,997
3	0,01	-1,027
4	1E-3	-1,056
5	1E-4	-1,086
6	1E-5	-1,115

6. Для того чтобы в дальнейшем было легче работать с данными, столбцы лучше подписать. Для этого необходимо дважды нажать левой кнопкой мыши на верхнюю строчку соответствующего столбца (*A(X)* или *B(Y)*).



Это же окно вызывается, если нажать правой кнопкой мыши и в появившемся списке выбрать меню «Properties».

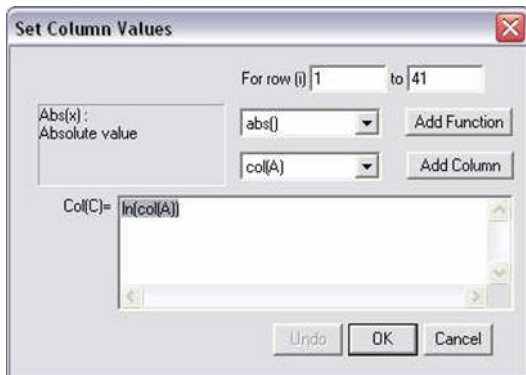
Внизу необходимо подписать столбец так, чтобы было понятно, какие данные в нем находятся.

	A[X]	B[Y]
	C, M	E эксп, B
1	1	-0,968
2	0,1	-0,997
3	0,01	-1,027
4	1E-3	-1,056
5	1E-4	-1,086
6	1E-5	-1,115

7. В двух следующих столбцах будут располагаться расчетные данные, откладываемые на осях координат. Необходимо выделить диапазон ячеек, в которых будут представлены данные, нажать правую кнопку мыши и выбрать «Set Colum Values».

	A[X]	B[Y]	C, M	D, M
	C, M	E эксп, B		
1	1	-0,968		
2	0,1	-0,997		
3	0,01	-1,027		
4	1E-3	-1,056		
5	1E-4	-1,086		
6	1E-5	-1,115		
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				

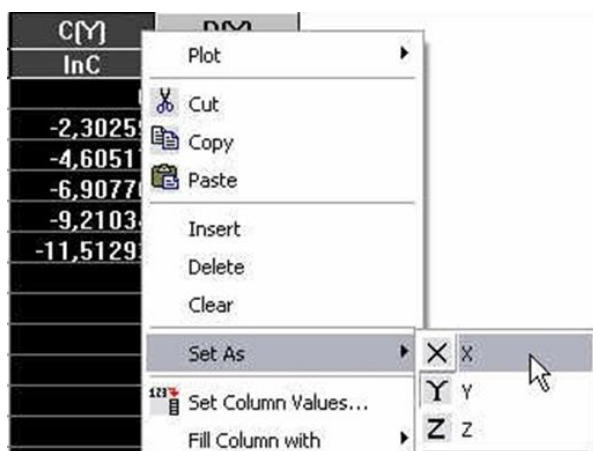
В появившемся окне необходимо ввести формулу, по которой будут рассчитаны соответствующие значения. Для колонки C – $\ln(\text{col}(A))$ (рассчитывает $\ln C$), для колонки D – $\text{col}(B) + 0,208$ (пересчитывает величину потенциала относительно водородного электрода).



После этого в ячейках выводятся рассчитанные значения.

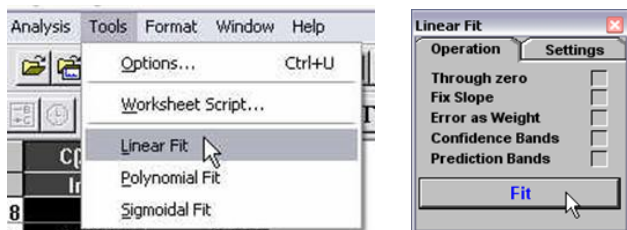
	A(X)	B(Y)	C(Y)	D(Y)
	C, M	E эксп, B	lnC	E отн. H, B
1	1	-0,968	0	-0,76
2	0,1	-0,997	-2,30259	-0,789
3	0,01	-1,027	-4,60517	-0,819
4	1E-3	-1,056	-6,90776	-0,848
5	1E-4	-1,086	-9,21034	-0,878
6	1E-5	-1,115	-11,51293	-0,907

8. Для построения графика необходимо определить оси координат: выделить столбец C, нажать правую кнопку мыши и в появившемся меню выбрать «Set As X».

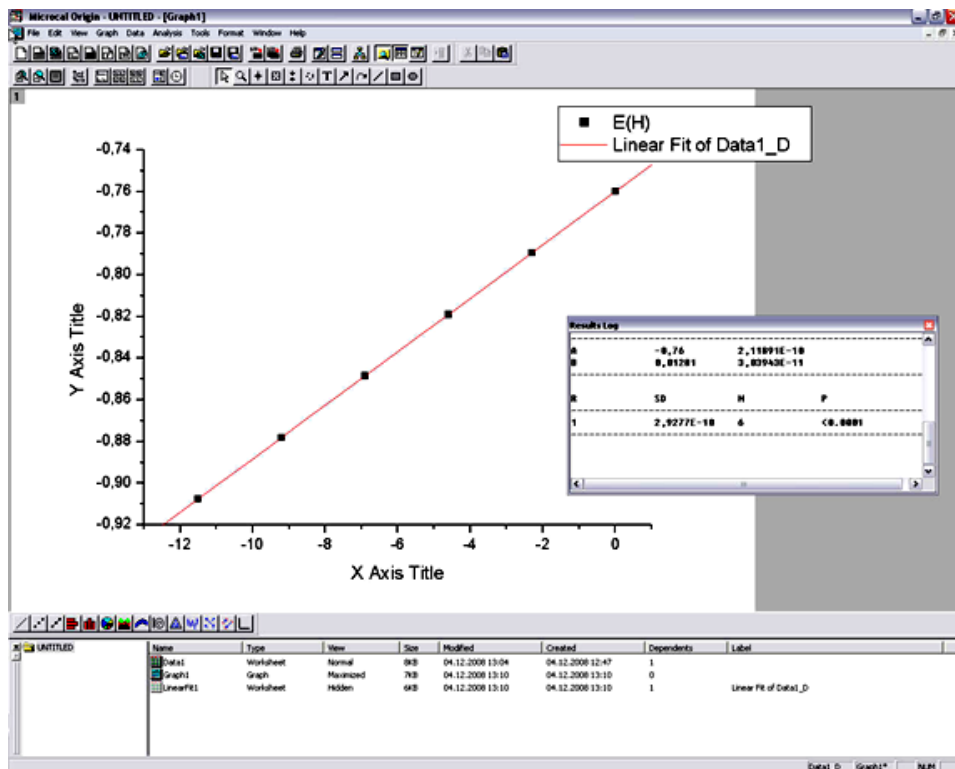


Важно: столбцы должны иметь одинаковую нумерацию, т. е. X1 и Y1, X2 и Y2. В случае X1 и Y2 программа не будет обрабатывать данные.

9. Для обработки данных методом наименьших квадратов (МНК) необходимо выделить обрабатываемые колонки (столбцы C и D, ячейки с данными), затем в меню «Tools» выбрать «Linear Fit». В появившемся окне необходимо выбрать «Fit».

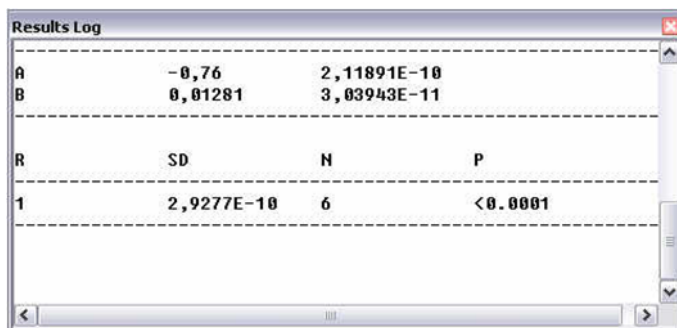


В результате на экране отображается следующее:



Оси на графике можно подписать, дважды нажав левой кнопкой мыши на надпись «X Axis Title» или «Y Axis Title».

В окне «Results log» выведены данные рассчитанной прямой $A + B \cdot X$ и значения ошибки.



В данном случае $A = -0,76 \pm 2,11891 \cdot 10^{-10}$; $B = 0,01281 \pm 3,03943 \cdot 10^{-11}$. Параметр A дает нам значение стандартного электродного потенциала E° , а параметр B – величину RT/nF , из которой можно (уже «вручную») вычислить значение температуры в реакционной смеси. В нашем случае получается

297,9 К; возникшая ошибка объясняется округлениями, которые мы использовали в процессе расчетов, в частности при расчете RT/nF .

Ниже приведены статистические данные:

R – коэффициент корреляции;

SD – среднеквадратичное отклонение;

N – количество экспериментальных точек;

P – вероятность (что $R = 0$).

10. Полученный график необходимо распечатать на принтере (меню «File» → «Print»). Для переключения между табличными данными и графиком в нижнем меню необходимо выбрать соответствующее окно («Data1» или «Graph1») и открыть его, дважды нажав левой кнопкой мыши.

Список литературы

1. Практикум по неорганической химии / Под ред. Ю. Д. Третьякова. М. : Академия, 2004.
2. Руководство по неорганическому синтезу : в 6 т. Под ред. Г. Брауэра М. : Мир, 1985–1986.
3. Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. М. : Химия, 1974.
4. Ключников Н. Г. Руководство по неорганическому синтезу. М. : Химия, 1965.
5. Аноганикум : в 2 т. Под ред. Л. Кольдица. М. : Мир, 1984.
6. Леснова Е. В., Вишнякова О. А. Практикум по неорганическому синтезу. М. : Высшая школа, 1986.
7. Лидин Р. А., Андреева Л. Л., Молочко В. А. Константы неорганических веществ: справочник. М. : Дрофа, 2006.
8. Волков А. И., Жарский И. М. Большой химический справочник. Минск: Современная школа, 2005.
9. Краткий справочник физико-химических величин / Под ред. А. А. Равделя, А. М. Пономаревой. Л. : Химия.
10. Эмсли Дж. Элементы. М. : Мир, 1993.

Учебное издание

Ильин Максим Анатольевич,
Могилевкина Майя Филипповна,
Максаков Владимир Александрович,
Ельцов Илья Владимирович,
Крылова Людмила Федоровна

ПРАКТИКУМ
ПО НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ЧАСТЬ I:
ВВЕДЕНИЕ В НЕОРГАНИЧЕСКУЮ ХИМИЮ

Учебно-методическое пособие

Редактор *Д. М. Валова*
Обложка *Е. В. Неклюдовой*

Подписано в печать 10.08.2016
Формат 70×100 1/16. Офсетная печать.
Уч.-изд. л. 11,9. Усл. печ. л. 11. Тираж 250 экз.
Заказ №

Издательско-печатный центр НГУ.
630090, Новосибирск-90, ул. Пирогова, 2.