

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра химии

Методические указания к лабораторным работам

Дисциплина Б1.О.03.01.01 Неорганическая химия
код и наименование дисциплины

Направление подготовки / специальность 04.03.01 Химия
код и наименование направления подготовки / специальности

Направленность / специализация Неорганическая химия и химия координационных соединений
наименование направленности (профиля) / специализации образовательной программы

Квалификация выпускника Бакалавр
указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО

Кафедра-разработчик Химия
название кафедры-разработчика рабочей программы

Мурманск
2019

Составитель – Дякина Татьяна Александровна, к.х.н., доцент, профессор кафедры химии

МУ к ЛР рассмотрены и одобрены на заседании кафедры-разработчика

Химии

название кафедры

24.06.2019 протокол № 12.

ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Цель изучения дисциплины:

формирование компетенций в соответствии с ФГОС ВО и учебным планом направления подготовки 04.03.01 Химия направленность «Неорганическая химия и химия координационных соединений», в том числе: получение фундаментальных знаний по теоретическим основам неорганической химии; приобретение практических навыков в проведении химического эксперимента; способность анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений; способность проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием.

Задачи дисциплины:

- освоение теоретических основ неорганической химии (состав, строение и химические свойства простых веществ и химических соединений; связь строения вещества и основных закономерностей протекания химических процессов с использованием понятий химической термодинамики, химической кинетики и электрохимии);
- овладение методами и способами синтеза неорганических веществ; формирование навыков проведения химического эксперимента с учетом знаний и соблюдения норм техники безопасности в лабораторных условиях;
- получение навыков описания свойств веществ на основе закономерностей, вытекающих из периодического закона и Периодической системы элементов;
- формирование навыков обобщения и применения результатов химического эксперимента.

В результате изучения дисциплины бакалавр должен:

Знать:

- основные положения теории строения атома, теории химической связи, теории кислот и оснований, теории растворов; общую характеристику элементов периодической системы и периодический характер их изменения; общие закономерности химических процессов
- базовые понятия неорганической химии и закономерности химических процессов с участием неорганических веществ
- общие принципы систематизации и представления информации, особенности представления данных химического эксперимента
- стандартные методы получения, идентификации веществ, правила обработки и оформления результатов работы, нормы техники безопасности
- технику безопасности при работе в химической лаборатории
- приемы выполнения стандартных операций получения веществ и изучения свойств и закономерностей по предлагаемым методикам
- основные нормы техники безопасности при работе в лабораторных условиях; способы защиты людей от возможных последствий химических аварий в лабораторных условиях

Уметь:

- определять продукты реакций неорганических веществ по известным исходным веществам; выполнять исходные вычисления, итоговые расчеты; самостоятельно работать с учебной и справочной литературой по неорганической химии
- проводить простые химические опыты по предлагаемым методикам; проводить стандартные измерения, обрабатывать результаты эксперимента; планировать эксперимент на основе анализа литературных данных, анализировать и обобщать результаты эксперимента, формулировать выводы
- выполнять стандартные операции получения веществ и изучения свойств и закономерностей

по предлагаемым методикам

– проводить простые операции (анализа и классификации веществ, составления формул, схем процессов, первичного анализа результатов и т.п.), воспроизводить основные понятия неорганической химии и закономерности химических процессов с участием неорганических веществ, решать типовые учебные задачи по неорганической химии

– проводить анализ, мониторинг неорганических веществ различных классов

Владеть:

– навыками описания свойств веществ на основе закономерностей, вытекающих из периодического закона

– навыками использования законов и закономерностей химических наук для интерпретации результатов анализа полученных результатов

– базовыми навыками проведения химического эксперимента и методами оформления его результатов; техникой работы с химической посудой, взвешиванием веществ и сбором установок для выполнения опытов

– навыками безопасной работы в химической лаборатории

– базовыми (элементарными) навыками получения и изучения химических свойств соединений различной природы и физико-химических закономерностей по стандартным методикам

– практическими навыками работы на серийном научном оборудовании химических лабораторий (фотометры, ионометры, рН-метры, весы, термостаты, муфельные печи, сушильные шкафы)

– навыками работы с химическими реактивами и физическими установками с соблюдением норм техники безопасности и требований охраны труда в лабораторных условиях; понятийно-терминологическим аппаратом в области безопасности, приемами рационализации профессиональной деятельности с целью обеспечения безопасности

Получить навыки:

– работы с лабораторным оборудованием, измерительной аппаратурой,

– выполнения основных химических анализов,

– в постановке химического эксперимента (с учетом знаний и соблюдения норм техники безопасности в лабораторных условиях) и обработки результатов химического эксперимента, в решении типовых задач неорганической химии;

– обобщения и применения результатов химического эксперимента

Содержание разделов дисциплины:

Основы атомно-молекулярного учения. Строение атома. Периодический закон и Периодическая система Д.И. Менделеева. Химическая связь и строение молекул. Основные закономерности протекания химических реакций: основы химической термодинамики; кинетика и механизм химических реакций. Общие свойства растворов. Свойства растворов электролитов. Электрохимические свойства растворов. Комплексные (координационные) соединения. Свойства химических элементов периодической системы Д.И. Менделеева и их соединений.

Реализуемые компетенции:

ОПК-1 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений

ОПК-2 Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием

Формы промежуточной аттестации:

Курс 1

Семестр 1 – экзамен

Семестр 2 – экзамен

Планируемые результаты обучения

№ п/п	Код и содержание компетенции	Степень реализации компетенции	Этапы формирования компетенции (Результаты обучения)
1.	ОПК-1 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений	Компоненты компетенции частично соотносятся с содержанием дисциплины «неорганическая химия»	<p>знать: – основные положения теории строения атома, теории химической связи, теории кислот и оснований, теории растворов; общую характеристику элементов периодической системы и периодический характер их изменения; общие закономерности химических процессов</p> <p>– базовые понятия неорганической химии и закономерности химических процессов с участием неорганических веществ</p> <p>– общие принципы систематизации и представления информации, особенности представления данных химического эксперимента</p> <p>уметь: – определять продукты реакций неорганических веществ по известным исходным веществам; выполнять исходные вычисления, итоговые расчеты; самостоятельно работать с учебной и справочной литературой по неорганической химии</p> <p>владеть: – навыками описания свойств веществ на основе закономерностей, вытекающих из периодического закона</p> <p>– навыками использования законов и закономерностей химических наук для интерпретации результатов анализа полученных результатов</p>
2.	ОПК-2 Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием	Компоненты компетенции частично соотносятся с содержанием дисциплины «неорганическая химия»	<p>знать: – стандартные методы получения, идентификации веществ, правила обработки и оформления результатов работы, нормы техники безопасности</p> <p>– технику безопасности при работе в химической лаборатории</p> <p>– приемы выполнения стандартных операций получения веществ и изучения свойств и закономерностей по предлагаемым методикам</p> <p>– основные нормы техники безопасности при работе в лабораторных условиях; способы защиты людей от возможных последствий химических аварий в лабораторных условиях</p> <p>уметь: – проводить простые химические опыты по предлагаемым методикам; проводить стандартные измерения, обрабатывать результаты эксперимента; планировать эксперимент на основе анализа литературных данных, анализировать и обобщать результаты эксперимента, формулировать выводы</p> <p>– выполнять стандартные операции получения веществ и изучения свойств и закономерностей по предлагаемым методикам</p>

			<p>– проводить простые операции (анализа и классификации веществ, составления формул, схем процессов, первичного анализа результатов и т.п.), воспроизводить основные понятия неорганической химии и закономерности химических процессов с участием неорганических веществ, решать типовые учебные задачи по неорганической химии</p> <p>– проводить анализ, мониторинг неорганических веществ различных классов</p> <p>владеть: – базовыми навыками проведения химического эксперимента и методами оформления его результатов; техникой работы с химической посудой, взвешиванием веществ и сбором установок для выполнения опытов</p> <p>– навыками безопасной работы в химической лаборатории</p> <p>– базовыми (элементарными) навыками получения и изучения химических свойств соединений различной природы и физико-химических закономерностей по стандартным методикам</p> <p>– практическими навыками работы на серийном научном оборудовании химических лабораторий (фотометры, ионометры, рН-метры, весы, термостаты, муфельные печи, сушильные шкафы)</p> <p>– навыками работы с химическими реактивами и физическими установками с соблюдением норм техники безопасности и требований охраны труда в лабораторных условиях; понятийно-терминологическим аппаратом в области безопасности, приемами рационализации профессиональной деятельности с целью обеспечения безопасности</p>
--	--	--	---

ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН
Перечень лабораторных работ

№ п/п	Темы лабораторных работ	Кол-во часов
		Очная
	1 семестр	
	Тема: <i>Лабораторное оборудование и приемы работы с ним. Сборка приборов.</i>	
1.	Техника безопасности. Правила работы в лаборатории неорганической химии. Лабораторная посуда. Сборка приборов. Погрешность измерения	4
2.	Проверка показаний термометра. Определение температуры плавления твердых веществ.	4
	Тема: <i>Методы очистки веществ</i>	

3.	Очистка твердых веществ. Очистка растворимых веществ методом перекристаллизации. Очистка дихромата калия.	4
4.	Разделение и очистка неорганических соединений методом ионообменной хроматографии.	8
5.	Очистка жидких веществ. Очистка воды от растворенных в ней веществ методом перегонки.	4
	Тема: Определение молекулярных масс и химических эквивалентов	
6.	Установление химической формулы кристаллогидрата.	4
7.	Определение молекулярной массы диоксида углерода.	4
8.	Определение химического эквивалента металла	4
9.	Определение эквивалента карбоната кальция	4
	Тема: Энергетика химических процессов	
10.	Определение теплового эффекта реакции нейтрализации сильной кислоты сильным основанием калориметрическим методом.	6
11.	Определение энтальпии растворения соли	6
	Тема: Химическая кинетика. Химическое равновесие	
12.	Химическая кинетика. Влияние различных факторов на скорость химических реакций.	4
13.	Определение энергии активации химического растворения металлов	4
14.	Определение частных порядков и константы скорости реакции окисления иодида калия пероксодисульфатом калия.	8
15.	Химическое равновесие.	4
	Тема: Растворы	
16.	Приготовление раствора серной кислоты и определение концентрации приготовленного раствора.	4
17.	Приготовление раствора гидроксида натрия заданной концентрации путем разбавления. Определение точной концентрации раствора гидроксида натрия методом титрования.	8
18.	Сильные и слабые электролиты	8
19.	Свойства растворов малорастворимых электролитов	4
20.	Определение произведения растворимости труднорастворимой соли. Расчет термодинамических характеристик процесса растворения соли.	4
21.	Гидролиз. Факторы, влияющие на процесс гидролиза.	8
22.	Определение термодинамических характеристик процесса гидролиза.	4
23.	Буферные растворы.	4
	Тема: Строение вещества	
24.	Строение атома.	4
25.	Химическая связь. Методы валентных связей и молекулярных орбиталей.	4
26.	Строение молекул. Теория ОВЭП.	2
	Итого 1 семестр:	126
	2 семестр	
	Тема: Комплексные соединения	

27.	Техника безопасности при работе в химической лаборатории Комплексные соединения.	4
28.	Комплексные соединения.	4
29.	Изучение оптических характеристик растворов комплексных соединений	4
30.	Определение направления протекания ионных реакций	4
	Тема: <i>Электрохимические процессы</i>	
31.	Окислительно-восстановительные реакции.	4
32.	Формы представления электродных потенциалов (диаграммы Латимера, Фроста, Пурбэ и расчеты электродных потенциалов по уравнению Нернста)	4
33.	Определение электрохимического потенциала обратимых электродных систем. (Металлические электроды: медь, цинк, свинец; ОВпотенциал редокси-электрода железо(III)/железо(II); изучение зависимости электродного потенциала пероксида водорода от pH)	8
34.	Измерение ЭДС гальванического элемента.	4
35.	Электролиз растворов электролитов.	4
36.	Коррозия металлов. Защита металлов от коррозии	4
	Тема: <i>Химия элементов</i>	
37.	Кислород. Водород. Пероксид водорода	4
38.	Галогены (Работа 25)	6
39.	Изучение равновесия в системе галоген-вода	4
40.	Сера (Р 27)	6
41.	Азот (Р 29); Фосфор (Р 31)	4
42.	Сурьма. Висмут (Р 32)	4
43.	Углерод (Р 33); Кремний (Р 34)	4
44.	Германий. Олово (Р 35); Свинец (Р 36)	4
45.	Бор (Р 38); Алюминий. Галлий. Индий (Р 39)	4
46.	Цинк. Кадмий (Р 41)	4
47.	Медь (Р 44). Серебро (Р 46)	4
48.	Железо (Р 47) Кобальт. Никель (Р 49)	6
49.	Марганец. Технеций. Рений (Р 51)	4
50.	Хром (Р 53) Молибден (Р 55). Вольфрам (Р 56)	6
51.	Ванадий. Ниобий (Р 57) Титан. Цирконий (Р 58)	4
52.	Лантан. Церий (Р 59)	4
53.	Бериллий. Магний (Р 60) Щелочноземельные металлы (Р 61)	4
54.	Щелочные металлы (Р 63)	6
	Итого 2 семестр:	126
	Итого:	252

Соответствие компетенций, формируемых при изучении дисциплины «Неорганическая химия», и видов занятий с учетом форм контроля

Перечень компетенций	Виды занятий				Формы контроля
	Л	ЛР	к/р	СР	
ОПК-1	+	+	+	+	отчеты по лабораторным работам, защита лабораторных работ в форме собеседования, выполнение контрольных работ
ОПК-2	+	+	+	+	отчеты по лабораторным работам, защита лабораторных работ в форме собеседования, выполнение контрольных работ

Примечание: Л – лекции, ЛР – лабораторные работы, к/р – контрольная работа, СР – самостоятельная работа

Перечень основной и дополнительной учебной литературы

Основная литература

№ п/п	Библиографическое описание (название литературного источника)	Наличие		
		Электронно-библиотечная система (ЭБС)	Библиотека МГТУ (печатное издание)	Количество экземпляров печатного издания
1.	Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия : учебник для вузов / Н. С. Ахметов. - Изд. 7-е, стер. - Москва : Высш. шк., 2008. - 742	–	+	18
2.	Карапетьянц, М. Х. Общая и неорганическая химия : учеб. для вузов / М. Х. Карапетьянц, С. И. Дракин. - 3-е изд., стер. - Москва : Химия, 1994.	–	+	17
3.	Угай, Я. А. Общая и неорганическая химия : учебник для вузов / Я. А. Угай. - 4-е изд., стер. ; 2-е изд., испр. - Москва : Высш. шк., 2004, 2000. - 527 с.	–	+	126
4.	Семенов, И. Н. Химия : учебник для вузов / И. Н. Семенов, И. Л. Перфилова. - Санкт-Петербург : Химиздат, 2000. - 656 с.	–	+	46
5.	Ахметов, Н. С. Лабораторные и семинарские занятия по общей и неорганической химии : учеб. пособие для вузов / Н. С. Ахметов, М. К. Азизова, Л. И. Бадыгина. - 3-е изд., перераб. и доп. - Москва : Высш. шк., 1999.	–	+	41
6.	Васильева, З. Г. Лабораторные работы по общей и неорганической химии : учеб. пособие для вузов / З. Г. Васильева, А. А. Грановская, А. А. Таперова. - 2-е изд., испр. - Ленинград : Химия, 1986.	–	+	168
7.	Шибанов, В. Н. Практикум по неорганической химии : учеб. пособие для вузов / В. Н. Шибанов; Департамент по рыболовству, МГТУ. - Мурманск, 1999, 1998. - 211 с.	–	+	184

8.	Практикум по химии : учеб. пособие / С. Р. Деркач, Т. А. Дякина, К. В. Зотова, Л. А. Гусева, Мурман. гос. техн. ун-т. - Мурманск : МГТУ, 2005, 2000. - 156 с.	-	+	771
9.	Глинка Н. Л. Задачи и упражнения по общей химии : учеб. пособие для вузов / Н. Л. Глинка; под ред. В. А. Рабиновича, Х. М. Рубиной. - Изд. стер. ; Изд. испр. - Москва : Интеграл-Пресс, 2011, 2008, 2003, 2006, 2005, 2004, 2002, 2001. - 240 с.	-	+	575

Дополнительная литература

№ п/п	Библиографическое описание (название литературного источника)	Наличие		
		Электронно-библиотечная система (ЭБС)	Библиотека МГТУ (печатное издание)	Количество экземпляров печатного издания
10.	Неорганическая химия. Химия элементов : учебник для вузов. Кн. 2 / Ю. Д. Третьяков, Л. И. Мартыненко, А. Н. Григорьев, А. Ю. Цивадзе. - Москва : Химия, 2001. - 583 с.	-	+	3
11.	Неорганическая химия. Химия элементов : учебник для вузов. Кн. 1 / Ю. Д. Третьяков, Л. И. Мартыненко, А. Н. Григорьев, А. Ю. Цивадзе. - Москва : Химия, 2001. - 472 с.	-	+	3
12.	Лидин, Р. А. Химические свойства неорганических веществ : учеб. пособие для вузов / Р. А. Лидин, В. А. Молочко, Л. Л. Андреева; под ред. Р. А. Лидина. - Москва : Химия, 1996.	-	+	8
13.	Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии : учеб. пособие для студентов [вузов] / З. Е. Гольбрайх, Е. И. Маслов. - 6-е изд. - Москва : АСТ : Астрель, [2007]. - 382, [1] с. Москва : Высш. шк., 1976. - 280 с.	-	+	10
14.	Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии / Ю. Ю. Лурье. - 6-е изд., перераб. и доп. - Москва : Химия, 1989.	-	+	15
15.	Краткий справочник физико-химических величин / под ред. А. А. Равделя, А. М. Пономаревой. - 8-е изд., перераб. - Ленинград : Химия, 1983.	-	+	18
16.	Общая химия в формулах, определениях, схемах / под ред. В. Ф. Тикавого. - Минск : Университетское, 1987. - 501 с.	-	+	12

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

Материалы, находящиеся в свободном доступе на следующих сайтах:

<http://chemexpress.fatal.ru>

<http://www.xumuk.ru>

<http://www.chemport.ru>
<http://djvu-inf.narod.ru/nclib.htm>
<http://www.alhimikov.net>
<http://www.alhimik.ru>
<http://www.chemistry.narod.ru/>
<http://www.chem.tut.ru/>
<http://gen.lib.rus.ec/>

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»

Для выполнения лабораторных работ следует использовать следующие литературные источники [5 – 8] из перечня рекомендуемой литературы, а так же данные методические указания. Даты проведения и наименование лабораторных работ, а также источники, по которым будут выполняться лабораторные работы, указаны в календарном графике, который вывешивается в лаборатории.

Оформление лабораторных работ проводят в отдельных тетрадях – лабораторных журналах. Графическое представление экспериментальных данных проводят в графических редакторах и в распечатанном виде вклеивают в лабораторный журнал. Схемы лабораторных установок изображают карандашом. При выполнении работы необходимо записывать наблюдаемые явления.

После выполнения и оформления лабораторную работу необходимо защитить. Защита лабораторных работ проходит в виде устного собеседования с преподавателем по теме работы. Примерные вопросы для устных собеседований представлены в методических указаниях к самостоятельной работе.

Лабораторная работа

Проверка показаний термометра. Определение температуры плавления твердых веществ

Цель работы – проверить правильность показаний ртутного термометра и оценить абсолютную погрешность измерения; определить температуру плавления твердой соли с использованием того же термометра с учетом рассчитанной погрешности

Проверка показаний термометра

Перед выполнением работ, связанных с измерением температуры, желательно уточнить правильность показаний используемого термометра. В лабораторной практике термометры обычно проверяют по температурам кипения воды и таяния льда.

Проверка термометра по температуре кипения воды. В колбу Вюрца (рис. 1) помещают 25-50 мл воды и несколько кипятильников («кипелок» - кусочков неглазурованного фарфора). Термометр закрепляют таким образом, чтобы ртутный шарик был расположен на 0,5 см ниже отводной трубки колбы. После того как вода в колбе закипит (кипение должно быть спокойным) и столбик ртути термометра остановится на определенном делении, записать показания термометра в журнале. Отметить по барометру атмосферное давление и внести соответствующую поправку.

Проверка термометра по температуре таяния льда. В большую коническую воронку, укрепленную в кольце штатива (рис. 2) над фарфоровой чашкой или стаканом, поместить измельченный лед, опустить в него термометр так, чтобы шарик был погружен в лед, а на шкале был виден ноль. Когда из носика воронки начнет равномерно капать вода и показание термометра станет постоянным, сделать отсчет.

Определение температуры плавления твердых веществ

Температура плавления и ее постоянство при плавлении служат признаком чистоты ис-

следуемого вещества. Для измерения температуры плавления $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ($T_{\text{пл}} = 48,5 \text{ }^\circ\text{C}$) или $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ($T_{\text{пл}} = 92,5 \text{ }^\circ\text{C}$) можно использовать прибор, изображенный на рис. 3.

Вещество перед измерением следует предварительно измельчить в ступке при помощи пестика. Изготовить капилляры (внутренний диаметр 0,5-0,8 мм и длина до 50 мм). Один из концов капилляра должен быть запаян. Это можно сделать при помощи спиртовки. Для заполнения капилляра открытый конец его погрузить в измельченное вещество, затем перевернуть капилляр и постукиванием о стол добиться того, чтобы порошок сместился в нижнюю часть капилляра. Повторить операцию несколько раз, пока высота столбика вещества в капилляре не достигнет 4-5 мм.

Перед опусканием в прибор для определения температуры плавления капилляр обтереть и прикрепить к термометру с помощью резинового колечка так, чтобы конец капилляра и резервуар термометра находились на одном уровне.

В колбу на 2/3 объема налить глицерин, вставить в колбу пробирку с термометром, как указано на рис. 3, и укрепить колбу в лапке штатива. [Если длинная пробирка укрепляется в колбе с помощью шлифа, то в шлифе колбы и шлифе пробирки должно быть небольшое отверстие. В рабочем состоянии прибора эти отверстия должны совпадать. Если для укрепления пробирки используется резиновая пробка, в ней должна быть прорезь (для сообщения внутренней части прибора с атмосферой)]. Нагреть прибор на электрической плитке через асбестовую сетку.

Следует иметь в виду, что внешний вид вещества перед плавлением обычно несколько изменяется: оно уплотняется, и между отдельными кусочками его могут появиться пузырьки воздуха. Этот момент считают началом плавления. Температуру, при которой все вещество превращается в прозрачную жидкость, называют температурой плавления данного вещества.

Сравнить полученную вами величину температуры плавления со справочными данными и сделать вывод о чистоте исследуемого вещества.

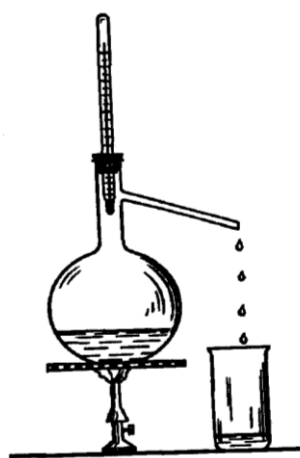


Рис. 1. Проверка термометра по температуре кипения воды

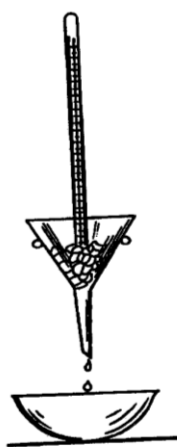


Рис. 2. Проверка термометра по температуре таяния льда

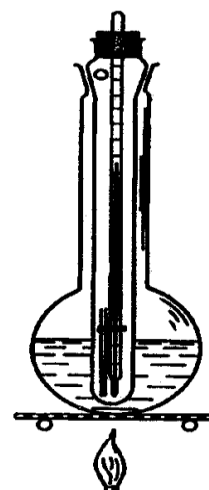


Рис. 3. Прибор для определения температуры плавления вещества

Лабораторная работа

МЕТОДЫ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ

По степени чистоты все выпускаемые промышленностью вещества классифицируются на технические продукты (т.), химические реактивы и особо чистые вещества (о.с.ч.). В свою очередь химические реактивы делятся по степени чистоты на чистые (ч.), чистые для анализа (ч.д.а.), химически чистые (х.ч.) вещества с концентрацией примесей соответственно от 10^{-5} до

1; 0,1; 0,01 %. Максимально допустимое количество примесей в веществе устанавливается стандартом (ГОСТ или ТУ).

При использовании в лабораторной практике реактивы с относительно низкой степенью чистоты (т., ч.) обычно подвергают предварительной очистке. В других случаях необходимость очистки зависит от целей работы.

Определенной степени чистоты должны характеризоваться вещества, используемые в фармацевтической практике для изготовления лекарственных средств. Их степень чистоты определяется в соответствии с требованиями Государственной Фармакопеи.

Разделение и очистка веществ являются операциями, тесно связанными между собой. Они основаны на различии в физических и химических свойствах разделяемых веществ. Методы разделения и очистки веществ по своей природе подразделяются на физические (механические) и химические. Например, смеси твердых веществ можно разделить, используя различия в:

- плотности (смесь железных опилок с солью) – отстаиванием;
- смачиваемости – флотацией;
- размерах частиц – просеиванием;
- магнитных свойствах (смесь железа с серой) – магнитной сепарацией.

К методам механического разделения относят также декантацию (сливание жидкости с осадка), центрифугирование (разделение неоднородных систем под действием центробежной силы), фильтрование и т.д.

Химические методы очистки основаны на переходах вещества из одной фазы в другую, сопровождающихся как физическими (экстракция, дистилляция, зонная очистка), так и химическими (ионный обмен, электролиз, электрофорез и др.) процессами. К этому же классу методов можно отнести и отделение одного вещества от другого с помощью одного или ряда последующих химических превращений. Например, при очистке никеля его можно перевести в никель-карбонил с последующим разложением полученного легколетучего продукта.

Для очистки твердых веществ в качестве наиболее простых и одновременно достаточно универсальных методов можно рекомендовать перекристаллизацию, реже – возгонку; для жидкостей – фильтрование и перегонку; для газов – связывание примесей при пропускании загрязненного газа через некоторые химические реагенты.

Выбор метода очистки в каждом случае определяется природой вещества, задачами работы и возможностями лаборатории.

МЕТОДЫ ОЧИСТКИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ

КРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫЕ МЕТОДЫ

Метод перекристаллизации основан на различной зависимости растворимости вещества и загрязняющих его примесей от температуры. Вследствие понижения уровня растворимости при соответствующем изменении температуры основная часть очищаемого вещества выпадает в осадок, растворимые примеси остаются в растворе, так как раствор относительно их ненасыщен. Если же часть примесей все-таки осаждается вместе с основным веществом, кристаллизацию проводят повторно.

Конкретные условия перекристаллизации подбирают с учетом термической устойчивости вещества, его растворимости и зависимости растворимости от температуры. Учитывая эти факторы, можно выделить несколько типичных вариантов проведения перекристаллизации.

Один из них – вещество термически устойчиво в растворе и растворимость его сильно зависит от температуры. Охлаждение концентрированного при повышенной температуре раствора (приготовленного чаще всего при температуре 60 – 70 °С) такого вещества до 0 °С обеспечивает достаточно высокий выход.

Другой вариант: вещество термически устойчиво в растворе, но растворимость его мало зависит от температуры, т.е. при охлаждении насыщенного при более высокой температуре раствора в осадок выпадает лишь незначительная часть вещества. Поэтому в ходе перекристаллизации таких веществ после отделения нерастворимых примесей от раствора предусматривается частичное удаление растворителя путем упаривания раствора, что приводит при после-

дующем охлаждении к выпадению в осадок значительно большей части очищаемого вещества.

И, наконец, третий вариант: вещество неустойчиво в растворе при повышенной температуре, и выделение из раствора твердой фазы достигается в результате частичного испарения растворителя при комнатной температуре. Обычно это достигается при выдерживании раствора при пониженном давлении в вакуум-эксикаторе либо в присутствии водоотнимающих веществ.

Во всех случаях растворитель удаляют до появления на поверхности раствора кристаллической пленки. Чрезмерно сильное упаривание может привести к насыщению раствора не только относительно очищаемого вещества, но и относительно примесей, в результате чего они могут выпадать в осадок вместе с основным веществом. Нельзя очень сильно упаривать растворы веществ, обладающих высокой растворимостью и склонных к образованию кристаллогидратов с большим содержанием кристаллизационной воды, так как при очень высокой концентрации такой раствор после охлаждения способен закристаллизоваться в сплошную массу, включающую в себя все содержащиеся примеси. Кроме того, при высокой концентрации некоторых веществ, способных к образованию в растворе полимерных продуктов, раствор после охлаждения приобретает сиропообразную консистенцию, и выделение кристаллов из него затруднено.

При перекристаллизации стараются получить кристаллы среднего размера, так как крупные кристаллы обычно содержат включения маточного раствора с находящимися в нем примесями, а между мелкими кристаллами может удерживаться маточный раствор, отмыть который без значительной потери вещества не удастся. Размер кристаллов, выделяющихся при перекристаллизации, зависит от скорости охлаждения растворов. Если раствор охлаждается медленно, кристаллы растут постепенно и могут достигнуть большого размера; при быстром охлаждении образуются мелкие кристаллы. Для более полного выделения осадка из охлажденных ненасыщенных растворов рекомендуется создать центры кристаллизации, внося в раствор небольшой кристаллик осаждаемого вещества. Центрами кристаллизации могут послужить твердые кусочки, стираемые с поверхности стеклянной палочки или стенки сосуда при трении ею о стенку сосуда.

После окончания кристаллизации выпавший продукт отделяют от маточного раствора. Кристаллы тщательно промывают на фильтре небольшими порциями холодного чистого растворителя. Назначение промывки – отделение маточного раствора и удаление адсорбированных на поверхности кристаллов примесей. Для охлаждения промывной жидкости используют лед, снег или охлаждающие смеси.

Простейшую охлаждающую смесь можно приготовить, смешивая лед или снег с поваренной солью. Понижение температуры зависит от массы соли.

Массовая доля поваренной соли, %	6	8	10	16	20	28
Температура смеси, °С	-3,5	-4,9	-6,1	-10,5	-13,1	-19,3

Выделенный кристаллический продукт после фильтрования и промывки подвергают сушке.

Фильтрование

Операцию механического разделения твердых и жидких компонентов какой-либо смеси осуществляется фильтрованием. Сущность процесса заключается в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку – фильтр. Частицы твердого тела задерживаются в лабиринтах пустот фильтра, а жидкость легко проходит через них. Такие фильтры часто называют глубинными, в их качестве могут использоваться как пористые (мех, волокно, асбест, стеклянная вата и др.), так и сыпучие (кварцевый песок, полимерные гранулы) материалы.

Выбор фильтрующего материала зависит от свойств раствора и требований к его чистоте. Для фильтров нельзя применять материалы, способные взаимодействовать с компонентами раствора. Например, конц. растворы щелочей нельзя фильтровать через стеклянный фильтр и вообще через материалы, содержащие оксид кремния (IV), так как он способен растворяться в щелочи, тем самым загрязняя ее.

В лаборатории чаще всего пользуются фильтровальной бумагой, которая (в отличие от

обычной) не проклеена, более чиста по составу и волокниста. Скорость фильтрования зависит от:

- размера пор фильтра;
- температуры раствора (чем выше температура, тем быстрее протекает фильтрование, поэтому в методиках часто указывается, что раствор фильтруется горячим);
- размеров частиц (чем крупнее частицы, тем быстрее протекает фильтрование, мелкие частицы твердого вещества часто забивают поры, и фильтрование протекает медленно);
- давления (фильтрование при пониженном давлении или под давлением столба жидкости).

Для фильтрования при нормальном давлении применяют стеклянные воронки, размер которых зависит от количества фильтруемой смеси.

Фильтровальная бумага может быть обычной и беззольной. При сжигании беззольные фильтры дают очень незначительную, строго определенную массу золы, которой обычно пренебрегают. В зависимости от размеров частиц осадка применяют фильтры разной плотности. Их различают по цветам оберточной ленты:

- синяя лента – плотные фильтры (диаметр пор приблизительно 1,0 – 2,5 мкм) для мелкозернистых осадков;
- белая лента – фильтры средней проницаемости (диаметр пор около 3 мкм);
- красная или черная лента – фильтры для крупнозернистых и аморфных осадков (диаметр пор около 10 мкм);
- желтая лента – обезжиренные фильтры.

При фильтровании радиоактивных и химически агрессивных веществ применяют также фильтры из стекловолоконистой бумаги.

Необходимо учитывать возможность набухания или растворения бумажных фильтров в органических растворителях.

В лабораторной практике применяют простые (гладкие) и складчатые бумажные фильтры. Фильтрующая поверхность складчатых фильтров больше.

Если фильтрование проводится в целях освобождения от механических примесей, полезно пользоваться складчатым фильтром. Если же целью является выделение на фильтре осадка, способного «забиваться» в поры фильтра, лучше использовать гладкий фильтр.

Фильтрование неагрессивных жидкостей при обычном давлении проводят, используя фильтровальную бумагу, помещенную в стеклянную воронку, которая укреплена в кольце штатива. Размер воронки зависит от количества фильтруемой смеси. В воронку укладывают фильтр таким образом, чтобы его край не доходил до края воронки на 0,5 – 1,0 см. Фильтр слегка смачивают чистым растворителем. Острый конец воронки должен касаться стенки стакана-приемника. Часто для ускорения фильтрования удлиняют стеклянную трубку воронки, например, при помощи резиновой трубки. Перед началом фильтрования осадку дают слегка отстояться, затем осторожно по палочке жидкость выливают в воронку на фильтр. Струю жидкости направляют не на середину фильтра, а несколько в сторону. После того как жидкость будет пропущена через фильтр, осадок несколько раз промывают с помощью декантации и затем переносят на фильтр.

Если фильтратом являются сильная щелочь, кислота, сильный окислитель и другие вещества, которые разрушают бумажный фильтр, то используют воронки с вплавленной фильтрующей пластинкой из пористого стекла – фильтр Шотта. Они имеют разный диаметр пор и в соответствии с этим характеризуются определенным номером.

Если фильтр выбран с учетом размера пор и дисперсности кристаллов осадка, прошедшая через фильтр жидкость (ее называют фильтратом) должна быть прозрачной. В том случае, если фильтрат окажется мутным (кристаллики осадка меньше, чем поря фильтра), фильтрование следует повторить. Если же и в этом случае фильтрат не будет прозрачным, фильтр следует заменить на более плотный.

Важным фактором, влияющим на скорость фильтрования, является давление. При обычном фильтровании жидкость проходит через фильтр под давлением небольшого столба жидкости, находящегося над фильтром. Когда необходимо ускорить процесс фильтрования, его проводят при пониженном давлении, используя прибор, состоящий из фарфоровой воронки Бюх-

нера и колбы Бунзена. Если пониженное давление создается с помощью водоструйного насоса, то между ним и колбой Бунзена помещают склянку, которая предохраняет фильтрат от попадания в него воды.

На дно воронки Бюхнера кладут два фильтра, причем верхний на 0,5 см больше дна воронки и должен выступать за ее стенки. Помещенные на дно воронки фильтры слегка смачивают растворителем и следят, чтобы при включении насоса они плотно прилегли ко дну воронки. Если фильтры приложены хорошо, то слышится спокойный шумящий звук, в противном случае звук свистящий. Затем, не выключая насоса, в воронку до половины ее высоты наливают фильтруемую жидкость. В колбе Бунзена создается разрежение, и жидкость из воронки перетекает в колбу. В воронку добавляют новые порции жидкости и продолжают отсасывание до тех пор, пока с конца воронки не перестанет капать жидкость. Насос выключают, вещество вместе с фильтром переносят на фильтровальную бумагу и подсушивают.

Промывание осадка

Полученные кристаллы или аморфные вещества адсорбируют на своей поверхности маточный раствор и отдельные ионы, содержащиеся в нем, поэтому осадок должен быть тщательно отмыт.

Промывание осадка можно проводить, применяя метод декантации. Для этого осадку дают отстояться в стакане или колбе, затем сливают маточный раствор на фильтр, наливают в сосуд с осадком промывную жидкость, тщательно размешивают осадок стеклянной палочкой, снова дают отстояться и сливают по палочке на фильтр. Так повторяют несколько раз. Если надо промыть осадок от той или иной примеси, то декантацию проводят до полного отсутствия этой примеси в осадке. Чтобы проверить полноту промывки, из последней порции промывной жидкости берут несколько капель в пробирку или на часовое стекло и проверяют качественной реакцией на содержание в пробе примеси, которую удаляют из осадка. После промывания осадок взбалтывают с некоторым количеством воды и, не давая отстояться, переносят на фильтр.

После перенесения на фильтр осадок промывают 2 – 3 раза соответствующей жидкостью. Каждую новую порцию жидкости наливают только тогда, когда стечет предыдущая. Наливают жидкость по палочке так, чтобы она не доходила до края фильтра на 3 – 5 мм. В зависимости от свойств осадка выбирают температуру и объем жидкости. Общим правилом является использование возможно меньшего количества жидкости, но для промывания аморфных осадков требуется больше жидкости, иногда с добавлением вещества, предотвращающего переход их в раствор. Потерю части осадка за счет растворения можно свести к минимуму, если применять для отмывания вещества на фильтре охлажденную воду (или другой растворитель).

При работе с малыми количествами вещества вместо фильтрования можно проводить центрифугирование, в результате которого осадок собирается на дне пробирки толстым слоем. Для промывания осадка в пробирку наливают столько же жидкости, сколько ее было при первом центрифугировании, взбалтывают осадок стеклянной палочкой и снова центрифугируют. Центрифугат проверяют на полноту отмывки способом, описанным выше.

Высушивание

Способ высушивания определяется в первую очередь свойствами вещества. Многие негигроскопичные вещества можно сушить на воздухе при комнатной температуре, распределяя их тонким слоем на пористой подложке. Для защиты от пыли и механических загрязнений сохнувшее вещество рекомендуется накрыть листом фильтровальной бумаги.

Процесс сушки значительно ускоряется при нагревании вещества в сушильном шкафу. При выборе температурного режима сушки следует учитывать возможность возгонки, разложения или окисления вещества при повышенной температуре. Максимальная температура высушивания должна быть на 30 – 40 °С ниже температуры плавления или разложения вещества. Вещество в сушильный шкаф помещают в фарфоровых чашках или стеклянных чашках Петри. Чтобы предотвратить образование на поверхности вещества корки, в процессе сушки вещество следует неоднократно перемешивать. Сушить на бумаге не рекомендуется, так как бумага может пропитаться солью и тогда при высыхании образуется неотделимая от нее корка соли.

Сильно гигроскопичные и неустойчивые к нагреванию вещества сушат в эксикаторах над осушителями, в качестве которых можно использовать H_2SO_4 , $NaOH$, $CaCl_2$, CaO , силикагель, или в вакуум-эксикаторах.

Вещества, легко теряющие свою кристаллизационную воду, иногда сушат между листами фильтровальной бумаги. С этой целью вещество помещают между двумя листами фильтровальной бумаги, с двух сторон накладывают сухие листы фильтровальной бумаги и отжимают, периодически меняя внешние листы, пока они не перестанут впитывать воду.

В некоторых случаях для высушивания осадков применяют органические растворители, хорошо связывающие воду, например ацетон, этиловый спирт или сухие инертные газы.

Обычный метод контроля окончания сушки – сушка до постоянной массы.

Лабораторная работа

Перекристаллизация твердых веществ

Цель работы – провести очистку твердых солей от примесей методом перекристаллизации

Объекты перекристаллизации – дихромат калия, хлорид аммония, тиосульфат натрия пентагидрат, бура (тетраборат натрия декагидрат), кристаллическая сода (карбонат натрия декагидрат); хлорид натрия, нитрат натрия, сульфат меди (II) пентагидрат (медный купорос); гидрокарбонат натрия (в соответствии с заданием преподавателя)

Перекристаллизация дихромата калия, хлорида аммония, тиосульфата натрия, буры, кристаллической соды

Основными этапами очистки являются:

- приготовление насыщенного при температуре 60 °С раствора;
- быстрое фильтрование раствора, его охлаждение;
- отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора;
- промывание;
- сушка.

Для проведения перекристаллизации по этой схеме, пользуясь справочными данными о характере зависимости растворимости от температуры, рассчитайте, какое количество дихромата калия необходимо взять, чтобы получить насыщенный при 60 °С раствор, исходя из объема воды 30 мл.

Взвесьте на технохимических весах рассчитанное количество растертого в ступке дихромата калия. Высыпьте навеску соли в химический стакан, отмерьте цилиндром 30 мл воды и перелейте в стакан с дихроматом калия. Стакан с содержимым поставьте на асбестовую сетку и нагрейте на электрической плитке почти до кипения, помешивая раствор стеклянной палочкой. Почему раствор нагревают почти до кипения и лишь тогда фильтруют?

Для отделения нерастворимых примесей профильтруйте горячий раствор сквозь складчатый фильтр в другой стакан, пользуясь воронкой для горячего фильтрования. При этом не допускайте охлаждения раствора и выделения кристаллов на фильтре. Если они, тем не менее, выделяются, переведите их в раствор, действуя небольшими порциями горячей воды. Позже эту воду необходимо испарить, так как иначе снизится выход чистого вещества. При отсутствии воронки для горячего фильтрования используйте обычную, заранее подогретую воронку и фильтруйте раствор малыми порциями, не допуская его кристаллизации на воронке.

После фильтрования охладите фильтрат до комнатной температуры, а затем в бане со льдом до 0 °С. Почему меняется интенсивность окраски раствора?

Проведите фильтрование выпавших кристаллов соли при пониженном давлении (каким образом?); промойте вещество малыми порциями ледяной (охлажденной до 0 °С) воды. Что содержится в маточном растворе?

Исследуйте маточный раствор на наличие в нем примеси сульфата калия. Для этого к 2 – 3 мл маточного раствора, разбавленного 5 – 10 мл дистиллированной воды, прибавьте 1 – 2 капли концентрированной хлористоводородной кислоты и раствора хлорида бария. Аналогичным образом определите, присутствует ли примесь сульфата калия в выделенном твердом дихромате калия. Сравните полученные результаты.

Перенесите дихромат калия в предварительно взвешенную фарфоровую чашку или чаш-

ку Петри и поставьте ее на 30 – 40 мин. в сушильный шкаф (100 – 105 °С). После охлаждения взвесьте на теххимических весах. [Нитрат калия сушат также при температуре 100 – 105 °С; хлорид аммония и буру – при комнатной температуре, причем буру – в течение 2 – 3 дней, тиосульфат натрия и соду – отжимая между листами фильтровальной бумаги].

Определите выход перекристаллизованного вещества в процентах по отношению к исходной навеске. Каких потерь нельзя избежать при перекристаллизации?

Перекристаллизация хлорида натрия, нитрата натрия, медного купороса

Основными этапами очистки являются:

- приготовление насыщенного при температуре 60 °С раствора;
- его фильтрация;
- упаривание и охлаждение;
- отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора;
- промывание;
- сушка.

Для проведения перекристаллизации по этой схеме, пользуясь справочными данными о характере зависимости растворимости от температуры, рассчитайте, какое количество дихромата калия необходимо взять, чтобы получить насыщенный при 60 °С раствор, исходя из объема воды 30 мл.

Взвесьте на теххимических весах рассчитанное количество растертой в ступке соли. Высыпьте навеску соли в химический стакан, отмерьте цилиндром 30 мл воды и перелейте в стакан с солью. Стакан с содержимым поставьте на асбестовую сетку и нагрейте на электрической плитке почти до кипения, помешивая раствор стеклянной палочкой. [В раствор нитрата натрия до фильтрования в весовом соотношении 1:50 добавьте гидроксид натрия для осаждения примесей солей железа].

Проведите фильтрацию раствора, не допуская охлаждения, затем перенесите в фарфоровую чашку и упарьте на водяной бане до появления пленки на поверхности. (Почему на водяной бане?)

Затем раствор охладите до 0 °С, выдерживая его на льду.

Проведите фильтрацию выпавших кристаллов соли при пониженном давлении; промойте вещество малыми порциями ледяной (охлажденной до 0 °С) воды.

Перенесите отфильтрованные кристаллы в предварительно взвешенную фарфоровую чашку или чашку Петри и сушите хлорид натрия и нитрат натрия при температуре 100 – 105 °С, а медный купорос – отжимая между листами фильтровальной бумаги или в эксикаторе. После охлаждения взвесьте на теххимических весах.

Определите выход перекристаллизованного вещества в процентах по отношению к исходной навеске.

Перекристаллизация гидрокарбоната натрия

Гидрокарбонаты щелочных металлов в водном растворе при нагревании могут разлагаться. Поэтому перекристаллизацию их из водных растворов следует проводить при комнатной температуре.

Учитывая растворимость вещества при комнатной температуре, вычислите необходимую для приготовления насыщенного раствора массу воды исходя из заданной массы загрязненного вещества. Приготовьте насыщенный раствор.

Раствор охладите до 0 °С и для выделения кристаллов прибавьте к нему безводный этиловый спирт. Выделившиеся кристаллы отделите на воронке Бюхнера, промойте малыми порциями охлажденной до 0 °С воды.

Осадок высушите в эксикаторе или между листами фильтровальной бумаги, перенесите в сухую, заранее взвешенную чашку и взвесьте.

Определите выход перекристаллизованного вещества в процентах по отношению к ис-

ходной навеске.

Вопросы для самоконтроля

1. Какие специальные наименования («марки») применяются для веществ, вырабатываемых химической промышленностью? В чем их различие?
2. На каком явлении основан метод перекристаллизации?
3. Почему для проведения перекристаллизации многих солей рекомендуют готовить насыщенный раствор при температуре 60 – 70 °С, а не при комнатной температуре или 90 – 95 °С?
4. Для какой цели насыщенный при определенной температуре раствор нагревают почти до кипения и лишь затем фильтруют? Почему при горячем фильтровании рекомендуется использовать складчатый фильтр?
5. Почему при охлаждении необходимо перемешивать раствор? Как размер кристаллов влияет на чистоту препарата?
6. Что содержится в маточном растворе?

Таблица

**Растворимость твердых веществ в воде
(в г безводного соединения на 100 г раствора)**

Вещество	Твердая фаза	Температура, °С						
		0	10	20	40	60	80	100
K ₂ Cr ₂ O ₇	K ₂ Cr ₂ O ₇	4,4	7,5	11,1	20,6	31,2	41,1	50,5
NH ₄ Cl	NH ₄ Cl	23,0	25,1	27,1	31,5	35,6	39,6	43,6
Na ₂ S ₂ O ₃								
Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	1,18	1,76	2,58	6,0	16,6		
	Na ₂ B ₄ O ₇ ·5H ₂ O						23,4	34,6
Na ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O	6,6		17,8	33,2			
	Na ₂ CO ₃ ·H ₂ O					31,7	31	
NaCl	NaCl	26,21		26,5	26,8	27,1	27,6	28,4
NaNO ₃								
CuSO ₄	CuSO ₄ ·5H ₂ O	12,9	13,2	17,5	22,8	28,1	34,9	42,4
NaHCO ₃	NaHCO ₃	6,45	7,58	8,76		14,09		

Лабораторная работа

РАЗДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ ИОНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Разделение смеси солей кадмия и меди. В качестве ионообменной колонки использовать бюретку емкостью 25 мл. В нижний ее конец помещен тампон из стекловаты, который поддерживает слой смолы (КУ-2 в «водородной форме») высотой 10-15 см (при этом необходимо, чтобы смола все время, в том числе и при перенесении ее из банки, находилась под слоем воды). Следует также следить за тем, чтобы в колонке отсутствовали пузырьки воздуха, нарушающие монолитность слоя и тем самым препятствующие эффективному разделению смеси. Сверху в бюретку следует поместить воронку.

Приготовить смесь из 2 мл 0,5 М раствора нитрата кадмия и 2 мл 0,5 М раствора сульфата меди (II), смесь разбавить водой до 20 мл и тщательно перемешать.

Раствор пропускать через колонку со скоростью 1 мл/мин, затем промыть колонку для удаления минеральной кислоты 50 мл горячей воды. Проверить полноту поглощения ионов меди и кадмия, для чего отобрать в пробирку 2-3 мл промывной воды, к которой добавить каплю раствора сульфида аммония или натрия (или сероводородной воды). Выделение осадка будет свидетельствовать о неполноте поглощения, что происходит только в том случае, если допущена ошибка в выполнении описанных выше операций. Опыт нужно переделать, для чего колонку необходимо промыть раствором хлористоводородной кислоты (1:3), затем водой до нейтральной реакции промывного раствора и повторить пропускание раствора.

Для разделения катионов пропустить через колонку со скоростью 1-3 мл/мин раствор 2,5 мл глицерина и 2,5 г гидроксида натрия в 50 мл воды. На выходе из колонки собрать окрашенный в синий цвет раствор глицерата меди. После того как вся медь вымыта из колонки, промыть смолу 50 мл воды, затем пропустить через колонку 5 %-й раствор хлористоводородной кислоты для вымывания кадмия в виде хлорида. Проверить наличие кадмия в растворе, добавляя к нему сероводородную воду или раствор сульфида аммония (или натрия).

После окончания разделения колонку промыть раствором хлористоводородной кислоты 1:3, затем до нейтральной реакции промывного раствора и оставить с водой.

Растворы глицерата меди и хлорида кадмия вначале обработать раствором сульфида натрия до полного осаждения сульфидов меди и кадмия, а затем греть на кипящей водяной бане в течение 20-30 мин (в вытяжном шкафу!!!) для коагуляции осадков сульфидов. Осадки отфильтровать на воронке Бюхнера с бумажным фильтром и высушить при температуре 100 °С.

Полученные препараты взвесить и рассчитать выход в процентах.

Лабораторная работа

ФАКТОРЫ, ВЛИЯЮЩИЕ НА СКОРОСТЬ ХИМИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ

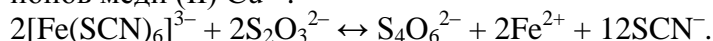
Первая часть работы: ЛРЗ «Кинетика химических реакций. Химическое равновесие» с. 34–36 опыты 1 и 2 [Практикум по химии, Деркач С.Р., Дякина Т.А., Зотова К.В., Гусева Л.А.].

Вторая часть работы:

Влияние катализаторов на скорость химических реакций

Опыт 1. Гомогенный катализ. Восстановление ионов железа (III).

Гомогенный катализ изучите на примере реакции восстановления ионов Fe^{3+} в составе комплексной соли $(\text{NH}_4)_3[\text{Fe}(\text{SCN})_6]$ тиосульфат-ионами $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, которая ускоряется в присутствии ионов меди (II) Cu^{2+} :



За восстановлением железа (III) в данной реакции наблюдайте по исчезновению кроваво-красной окраски $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$.

Приготовьте раствор гексароданоферрата (III) аммония $(\text{NH}_4)_3[\text{Fe}(\text{SCN})_6]$, смешав в стаканчике примерно 5 мл 0,1 М раствора хлорида железа (III) FeCl_3 и 1 мл 0,1 М раствора роданида аммония NH_4SCN . По 10 капель полученного раствора поместите в 3 пробирки.

В первую пробирку прибавьте 5 капель 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ и отметьте время протекания реакции (до полного обесцвечивания раствора).

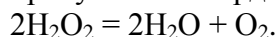
Во вторую пробирку добавьте 1 каплю 0,1 М раствора CuSO_4 и 5 капель 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Отметьте время протекания реакции.

В третью пробирку добавьте 5 капель 0,1 М раствора CuSO_4 и 5 капель 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Отметьте время протекания реакции.

Опишите наблюдаемые явления. Запишите уравнение химической реакции в молекулярном и ионном виде. Сделайте вывод, как влияет присутствие ионов меди (II) и их концентрация на скорость реакции.

Опыт 2. Гетерогенный катализ. Разложение H_2O_2 в присутствии MnO_2 .

Гетерогенный катализ изучите на примере реакции разложения пероксида водорода H_2O_2 в присутствии твердого оксида марганца (IV) MnO_2 :

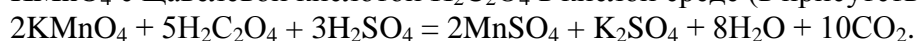


В две пробирки поместите 1,5 – 2 мл 3 %-ного раствора H_2O_2 . В первую пробирку добавьте на кончике микрошпателя порошок MnO_2 , во вторую – в 2 раза больше. Запишите время начала и окончания выделения пузырьков кислорода в обеих пробирках.

Опишите наблюдаемые явления. Сделайте вывод о влиянии количества катализатора на скорость протекания реакции.

Опыт 3. Автокатализ. Взаимодействие KMnO_4 с $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Примером автокаталитической реакции является процесс взаимодействия перманганата калия KMnO_4 с щавелевой кислотой $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ в кислой среде (в присутствии H_2SO_4):



Скорость этой реакции при комнатной температуре крайне мала. Процесс можно ускорить, проводя его при нагревании. В этом случае первые порции образующегося продукта реакции $MnSO_4$ станут катализаторами процесса, и скорость реакции существенно возрастет.

В три пробирки налейте по 1 мл слабозеленого раствора $KMnO_4$. В каждую пробирку добавьте по 3 капли 1 М $H_2C_2O_4$ и 4 капли 2 М H_2SO_4 .

Первую пробирку оставьте в качестве контрольной.

Вторую пробирку слегка нагрейте на водяной бане или в пламени спиртовки. Отметьте время обесцвечивания раствора.

В третью пробирку внесите кристаллик соли $MnSO_4$. Отметьте время, когда раствор обесцветится.

Опишите наблюдаемые явления. Сделайте вывод о влиянии ионов марганца на скорость протекания данной реакции.

Опыт 4. Ингибирование. Взаимодействие железа с соляной кислотой.

В две пробирки налейте по 1 – 1,5 мл 24 %-ного раствора HCl . В одну пробирку на кончике микрошпателя добавьте уротропин. Затем в обе пробирки внесите примерно одинаковое количество железной стружки. Наблюдайте за скоростью выделения водорода в каждой пробирке.

Опишите наблюдаемые явления. Запишите уравнение реакции. Сделайте вывод о роли уротропина в данном процессе.

Скорость гетерогенных химических реакций

Влияние степени смешения реагентов на скорость реакции

а) взаимодействие иодида калия с нитратом свинца (II)

Поместите в сухую фарфоровую ступку около 0,5 г нитрата свинца (II) и столько же иодида калия. Происходят ли какие-либо изменения? Перемешайте эти вещества в ступке. Какие явления наблюдаются? Разотрите пестиком эти вещества. Изменяется ли интенсивность окраски получаемого соединения? Прилейте к полученной смеси небольшое количество воды. Образуется суспензия иодида свинца (II) в воде, окрашенная в ярко-желтый цвет. Объясните наблюдаемые явления. Сделайте вывод. Напишите уравнение химической реакции.

б) взаимодействие безводного сульфата меди (II) с иодидом калия

Проведите эксперимент с предложенными веществами по вышеописанной методике.

Влияние света на скорость разложения хлорида серебра

Внесите в пробирку 2 мл 0,1 н. раствора нитрата серебра и прибавьте по каплям такое количество насыщенного раствора хлорида натрия, которого было бы достаточно для полного осаждения ионов серебра. Выделившийся осадок быстро отфильтруйте, промойте дистиллированной водой и поместите на два стекла. Одно стекло с осадком поставьте в темное место, а другое оставьте при дневном освещении. Через час сравните цвет осадков и объясните наблюдаемые явления. Какую роль играет свет? Напишите уравнения реакций. Сделайте вывод.

Опыт можно провести с использованием УФ-лампы. Для этого необходимо прикрыть половину осадка на фильтре черной бумагой и осветить фильтр УФ-лампой в течение 1 минуты. Затем снять черную бумагу и сделать вывод.

Лабораторная работа

ХИМИЧЕСКОЕ РАВНОВЕСИЕ

Первая часть работы: ЛР3 «Кинетика химических реакций. Химическое равновесие» с. 37 опыт 4 [Практикум по химии, Деркач С.Р., Дякина Т.А., Зотова К.В., Гусева Л.А.]. Этот опыт будет опыт 1.

Вторая часть работы:

Опыт 2. Обратимое равновесие хромат- и дихромат-ионов в растворе

В пробирку с 0,5 мл раствора хромата калия желтого цвета добавьте несколько капель 2 М раствора серной кислоты. Желтый раствор превращается в оранжевый, что свидетельствует об образовании дихромата калия.

К полученному раствору прибавьте 2 М раствор гидроксида натрия. Окраска раствора вновь

становится желтой.

Опишите наблюдаемые явления. Запишите уравнения происходящих реакций. С позиций принципа Ле Шателье объясните наблюдаемые явления.

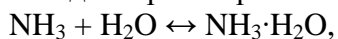
Опыт 3. Сдвиг равновесия дихромат-ион – хромат-ион при разбавлении раствора

В пробирку налейте 0,5 мл раствора дихромата калия и, постепенно добавляя к нему воду, добейтесь появления желтой окраски раствора, характерной для хромат-иона.

Опишите наблюдаемые явления. Запишите уравнение происходящего процесса. С позиций принципа Ле Шателье объясните наблюдаемые явления.

Опыт 4. Влияние изменения температуры на смещение химического равновесия

В водном растворе аммиака устанавливается следующее равновесие:



В коническую пробирку налейте 2-3 мл дистиллированной воды, добавьте по 1 капле 25%-ного раствора аммиака и фенолфталеина. На пламени спиртовки осторожно нагрейте раствор до кипения. Что наблюдаете? О чем свидетельствует исчезновение малиновой окраски?

Осторожно охладите пробирку с раствором в струе водопроводной воды. Что происходит при этом? О чем это свидетельствует?

Напишите выражение константы равновесия для данной обратимой реакции. Объясните наблюдаемое явление на основании зависимости $K_{\text{равн}}$ от температуры, т. е. на основании уравнения изобары реакции.

Объясните наблюдаемые явления на основании принципа Ле-Шателье.

Лабораторная работа

КОМПЛЕКСНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

Цели работы – получить комплексные соединения, изучить их свойства и методы разрушения; научиться различать двойные и комплексные соли; экспериментально наблюдать конкурирующий характер химических реакций

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

1. Образование и диссоциация соединений с комплексным катионом

Опыт 1.

Получите осадок $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Для этого внесите в пробирку 4 – 5 капель раствора сульфата меди (II) и разбавленного раствора аммиака до появления осадка. Затем прилейте избыток раствора аммиака до растворения осадка. Сравните окраску ионов Cu^{2+} с окраской полученного раствора. Присутствием каких ионов обусловлена окраска раствора? Оставьте полученный раствор комплексного соединения для выполнения опыта 13.

Напишите уравнения реакций:

а) образования гидроксида $\text{Cu}(\text{II})$;

б) взаимодействия гидроксида $\text{Cu}(\text{II})$ с аммиаком;

в) уравнение диссоциации образовавшегося комплексного основания.

Какое основание является более сильным: гидроксид меди (II) или соответствующее комплексное основание? Почему? Назовите комплексное соединение.

Опыт 2.

Получите осадок гидроксида никеля (II). Для этого внесите в пробирку 5 – 6 капель раствора сульфата никеля (II) и такой же объем раствора щелочи. К осадку добавьте 7 – 8 капель концентрированного раствора аммиака. Что происходит? Сравните окраску ионов Ni^{2+} в растворе сульфата никеля с окраской полученного раствора. Присутствием каких ионов обусловлена окраска раствора? Напишите уравнения реакций как для опыта № 1, приняв координационное число (к.ч.) иона никеля равным шести.

Опыт 3.

Получите в пробирке осадок гидроксида кадмия, добавляя к раствору его соли равный объем разбавленного раствора щелочи. На полученный осадок подействуйте концентрированным рас-

твором аммиака до полного растворения осадка. Напишите уравнения реакций как для опыта № 1.

2. Образование и диссоциация соединений с комплексным анионом

Опыт 4.

Получите нерастворимый иодид висмута (III), внося в пробирку 7 – 8 капель разбавленного раствора нитрата висмута (III) и такой же объем раствора иодида калия. Растворите этот осадок в избытке иодида калия. Какова окраска осадка? Каков цвет полученного раствора? Может ли эта окраска обуславливаться присутствием ионов K^+ , I^- , Bi^{3+} ? Напишите уравнения реакций:

а) образования иодида висмута (III);

б) взаимодействие иодида висмута с избытком иодида калия (к.ч. иона висмута равно 4).

Назовите комплексное соединение и напишите уравнение его диссоциации.

Опыт 5.

В три пробирки поместите отдельно растворы солей цинка, алюминия и хрома (III) и в каждую из них добавьте по каплям разбавленный раствор щелочи. Наблюдайте вначале выпадение осадков, а затем их растворение в избытке щелочи. Сохраните полученные растворы комплексных соединений для выполнения опыта 14.

Напишите уравнения проделанных реакций, учитывая, что образуются растворимые гидроксокомплексы. Зная, что гидроксиды этих металлов растворяются также и в кислотах, укажите, к какому типу они относятся.

Опыт 6.

К раствору хлорида кобальта (II) добавьте концентрированный раствор иодида калия до изменения окраски, затем раствор разбавьте. Объясните наблюдаемые явления, запишите соответствующие уравнения реакций. Какое влияние оказывает концентрация раствора на комплексообразование?

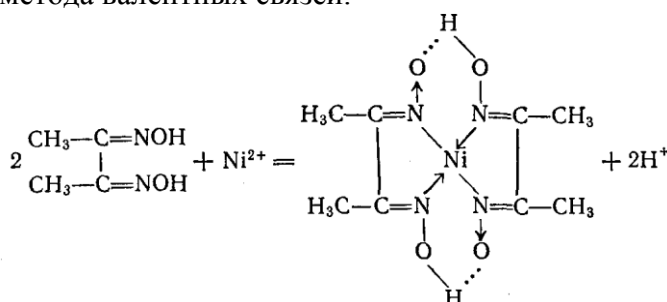
3. Образование внутрикомплексных соединений

Внутрикомплексными (или хелатными) называют такие комплексные соединения, в которых лиганды являются полидентатными и с комплексообразователем образуют циклическое соединение атомов.

Опыт 7.

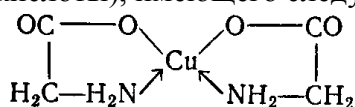
Поместите в пробирку 2 – 3 капли раствора соли никеля (II), добавьте 2 – 3 капли спиртового раствора диметилглиоксима (реактива Чугаева) и 2 – 3 капли раствора аммиака. Наблюдайте появление характерной ало-красной окраски осадка диметилглиоксимата никеля (II).

Чему равна дентатность лиганда? Объясните строение комплексного соединения с точки зрения метода валентных связей.



Опыт 8.

Поместите в пробирку 2 – 3 капли раствора соли меди (II), добавьте 10 – 15 капель свежеприготовленного раствора аминокусусной кислоты (глицина) и 4 – 5 капель раствора щелочи. Отметьте цвет образовавшегося соединения – гликоколята меди (II) (медная соль аминокусусной кислоты), имеющего следующее строение:



Чему равна дентатность лиганда? Объясните строение комплексного соединения с точки зрения метода валентных связей.

РЕАКЦИИ С УЧАСТИЕМ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

4. Комплексные соединения в реакциях обмена

Опыт 9.

В пробирку внесите 4 – 5 капель свежеприготовленного раствора сульфата железа (II) и такой же объем раствора комплексной соли $K_3[Fe(CN)_6]$. Отметьте цвет образовавшегося осадка. Напишите молекулярное и ионное уравнения реакций. Назовите соответствующие комплексные соединения.

Опыт 10.

В пробирку внесите 4 – 5 капель раствора сульфата меди (II) добавить такой же объем раствора комплексной соли $K_4[Fe(CN)_6]$. Отметьте цвет образовавшегося осадка. Напишите молекулярное и ионное уравнения реакций. Назовите указанные комплексные соединения.

5. Комплексные соединения в окислительно-восстановительных реакциях

Опыт 11.

Восстановление гексацианоферрата (III) калия.

В пробирку внесите 8 – 10 капель раствора иодида калия, 6 – 8 капель разбавленного раствора соляной кислоты и 5 – 6 капель бензола. Отметьте, что бензол остается бесцветным. Добавьте один микрошпатель кристаллов соли $K_3[Fe(CN)_6]$ и перемешайте раствор стеклянной палочкой. По изменению окраски бензола убедитесь в выделении свободного иода.

Напишите уравнение окислительно-восстановительной реакции (кислоту в уравнение реакции не вводить!). Укажите окислитель и восстановитель.

Опыт 12.

Окисление гексацианоферрата (II) калия.

Поместите в пробирку 4 – 5 капель раствора перманганата калия, подкислите разбавленным раствором серной кислоты и добавьте по каплям раствор гексацианоферрата (II) калия до обесцвечивания раствора.

Напишите уравнение реакции. Укажите окислитель и восстановитель.

УСТОЙЧИВОСТЬ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

6. Прочность и разрушение комплексных ионов

Разрушение комплекса при осаждении комплексообразователя.

Опыт 13.

В две пробирки налейте одинаковые объемы раствора $CuSO_4$. В одну из них добавьте разбавленный раствор $NaOH$, в другую – Na_2S – отметьте цвет образовавшихся осадков.

В две другие пробирки поместите аммиачный комплекс меди (II), полученный в опыте 1. Испытайте действие растворов щелочи и сульфида натрия на полученный раствор комплексной соли меди. От действия какого реактива выпадает осадок? На присутствие каких ионов в растворе комплексной соли указывает появление этого осадка? Опишите наблюдаемые явления. Ответьте на поставленные по ходу работы вопросы.

Напишите уравнения проделанных реакций.

Дайте объяснение наблюдаемым явлениям, исходя из данных о величинах произведений растворимости труднорастворимых соединений и константы нестойкости комплексного иона.

Опыт 14.

Полученные в опыте 5 гидратные комплексы испытайте к действию CO_2 . Для этого с использованием аппарата Киппа пропустите через прозрачные растворы комплексных соединений углекислый газ. Что вы наблюдаете? Запишите уравнения химических реакций.

Опыт 15.

Сравнительная устойчивость роданидного комплекса кобальта в воде и спирте.

Получите в пробирке тетрароданокобальтат (II) калия, добавляя к 2 – 3 каплям насыщенного раствора хлорида кобальта (II) 8 – 10 капель насыщенного раствора роданида калия. Наблюдайте появление лиловой окраски комплексного соединения $K_2[Co(SCN)_4]$. Разделите раствор на две пробирки: в одну из них добавьте амиловый спирт, в другую – 10 капель воды. Как изменяется окраска в каждой пробирке?

Напишите уравнения реакций: образования комплексного соединения, его диссоциации и диссоциации комплексного иона. В воде или в спирте диссоциация комплексного иона протекает

полнее? Чем это объясняется? Какое влияние оказывает концентрация раствора на комплексообразование?

Конкурирующие лигандообменные и гетерогенные процессы

Опыт 16.

а) В пробирку налейте 5 – 6 капель раствора нитрата серебра, добавьте по каплям раствор хлорида натрия. Что вы наблюдаете? К образовавшемуся осадку добавьте несколько капель раствора аммиака до полного растворения. Напишите уравнения происходящих реакций.

Для разрушения полученного аммиачного комплекса серебра добавьте по каплям раствор азотной кислоты. Что наблюдаете? Что свидетельствует о разрушении комплекса?

Напишите уравнение реакции.

б) В пробирку налейте 5 – 10 капель раствора нитрата серебра, добавьте по каплям раствор иодида калия до образования осадка. Какой цвет имеет полученный осадок?

Содержимое пробирки разделите на две части. К первой добавьте раствор аммиака, ко второй – раствор тиосульфата натрия. Что вы наблюдаете? В какой пробирке произошло растворение осадка иодида серебра?

Какой комплекс серебра – аммиачный или тиосульфатный – более прочный? Какие конкурирующие реакции происходят в опытах а) и б)?

Изучение различия в диссоциации двойных и комплексных солей

Опыт 17.

Диссоциация двойной соли $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$. Докажите наличие ионов NH_4^+ , Fe^{3+} и SO_4^{2-} в растворе железоаммонийных квасцов, проделав для них характерные реакции с помощью растворов щелочи, KCNS и BaCl_2 . Напишите ионные уравнения реакций.

Составьте уравнение электролитической диссоциации железоаммонийных квасцов.

Диссоциация комплексной соли $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В две пробирки поместите по 5 – 8 капель раствора $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В одну из них добавьте несколько капель раствора щелочи, в другую – роданида калия. Объясните наблюдаемые явления. Запишите уравнения диссоциации комплексного соединения.

В чем состоят сходство и различие между двойными солями и комплексными соединениями?

Гидратная изомерия аквакомплексов

Опыт 18.

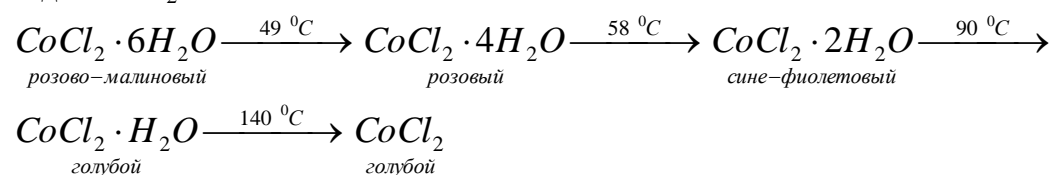
Несколько фиолетовых кристалликов $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворите в воде. Отметьте окраску раствора. Нагрейте раствор до изменения окраски. Объясните изменение окраски раствора. Какой изомер аквакомплекса Cr (III) преимущественно устойчив при комнатной температуре? При высокой температуре? Дайте название всех трех изомерных форм.

- 1) $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$ – сине-фиолетовая
- 2) $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – светло-зеленая
- 3) $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}_2]\text{Cl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – темно-зеленая

Изменение строения комплексного соединения

Опыт 19.

Гексагидрат хлорида кобальта (II) $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ можно рассматривать как комплексное соединение – хлорид гексааквакобальта (II). Процесс дегидратации $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ не сопровождается гидролизом, при этом происходит переход окраски от красно-малиновой к синеголубой, характерной для Co^{2+} в тетраэдрическом окружении. Это одна из причин обратимости взаимодействия с водой CoCl_2 .



В сухую пробирку внесите несколько кристалликов гексагидрата хлорида кобальта (II). Обратите внимание на цвет кристаллов. Осторожно нагрейте соль в пробирке до изменения ее окраски, что обусловлено превращением хлорида гексааквакобальта (II) в тетрахлокобальтат (II) кобальта (II) с отщеплением воды.

Сформулируйте особенность термического разложения данной соли с точки зрения изменения ее состава и строения при нагревании.

[Сделайте на листе фильтровальной бумаги какую-либо надпись раствором соли кобальта (II) и высушите на воздухе. Надпись бледно-розового цвета почти незаметна на бумаге. Подержите листок над нагретой электрической плиткой. На бумаге становится ясно видна надпись синего цвета. После охлаждения бумаги и выдерживания на воздухе надпись на ней снова принимает бледно-розовую окраску.]

Замещение лигандов в комплексных соединениях

Опыт 20.

В пробирку внесите 8 – 10 капель раствора хлорида железа (III) и добавьте несколько капель раствора роданида калия. Отметьте изменение окраски раствора. К полученному раствору комплексного соединения добавьте несколько капель насыщенного раствора фторида натрия. Наблюдайте изменение окраски раствора.

Напишите уравнения происходящих реакций.

Лабораторная работа

Определение направления химических реакций

Опыт 1. Рассчитайте K_c взаимодействия $Mg(OH)_2$ с HCl , CH_3COOH , NH_4Cl . Результаты расчета проверьте экспериментально. Для этого к 1 – 2 см³ раствора соли магния добавьте несколько капель 2 н. $NaOH$. Полученный осадок отфильтруйте, промойте несколькими каплями воды и разделите на три части. К каждой части добавьте по несколько капель 2 н. растворов HCl , CH_3COOH и насыщенный NH_4Cl . Отметьте наблюдаемые эффекты и проверьте совпадение эксперимента с теоретическими расчетами.

Опыт 2. Рассчитайте K_c взаимодействия $Cd(OH)_2$ с H_2S . Результаты расчета проверьте экспериментально, получив $Cd(OH)_2$ при действии на 2 н. раствор соли Cd^{2+} раствором $NaOH$. К полученному осадку $Cd(OH)_2$ прибавьте несколько капель сероводородной воды. Проверьте совпадение эксперимента и расчетов.

Опыт 3. Рассчитайте K_c взаимодействия комплекса меди $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ с $K_4[Fe(CN)_6]$. Выясните, может ли при этом образоваться осадок $Cu_2[Fe(CN)_6]$. Результаты проверьте экспериментально. Для этого к 2 – 3 каплям раствора соли меди прибавьте 5 – 6 капель концентрированного раствора аммиака до получения раствора интенсивного синего цвета. К полученному раствору прибавьте 2 – 3 капли раствора $K_4[Fe(CN)_6]$. Проверьте совпадение эксперимента и расчета.

Опыт 4. Определение возможности маскирования веществ в химическом анализе

Маскирование Cu^{2+} при обнаружении Sr^{2+} оксалатами. В две пробирки поместите по 4 – 5 капель растворов солей меди (II) и стронция, прилейте по несколько капель раствора $(NH_4)_2C_2O_4$. Наблюдайте образование осадков, отметьте их цвет. К 3 – 4 каплям раствора соли меди (II) прилейте раствор $Na_2S_2O_3$ до растворения выпавшего вначале осадка и обесцвечивания голубой окраски, а затем несколько капель раствора $(NH_4)_2C_2O_4$. Происходит ли образование осадка? К раствору соли стронция прилейте раствор $Na_2S_2O_3$, а затем несколько капель $(NH_4)_2C_2O_4$. Отметьте наблюдающийся эффект. Рассчитайте константы равновесия всех происходящих реакций.

Для выполнения работы также могут быть использованы реакции:

- обнаружение Ca^{2+} оксалатами в присутствии Ag^+ (маскирование Ag^+ аммиаком);
- обнаружение Co^{2+} с помощью NH_4SCN в присутствии Fe^{3+} (маскирование Fe^{3+} фторидом натрия);
- обнаружение Co^{2+} реакцией с NH_4SCN в присутствии Fe^{3+} и Cu^{2+} (маскирование Fe^{3+} и Cu^{2+} оксалатом аммония) и др.

Лабораторная работа

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА ОБРАТИМЫХ ЭЛЕКТРОДНЫХ СИСТЕМ

Цели работы – определить электрохимический (электродный) потенциал металлического электрода; потенциал окислительно-восстановительного (редокси-) электрода; изучить влияние концентрации ионов металла и pH на величину электродного потенциала.

Оборудование, реактивы – иономер И-135; хлорсеребряный электрод (электрод сравнения); металлические пластины из меди, цинка, свинца; 1 М растворы сульфатов меди (II), цинка, нитрата свинца, серной кислоты, гидроксида натрия; платиновый электрод; 1 М и 0,1 М растворы хлоридов или сульфатов железа (II) и (III); насыщенный раствор хлорида калия; 5 %-ный раствор пероксида водорода; мерные колбы вместимостью 50 см³; мерные пипетки; стаканы вместимостью 50 см³ для измерений.

Опыт 1. Определение электрохимического потенциала металлического электрода

Получите индивидуальное задание у преподавателя.

Приготовьте в мерных колбах серию растворов солей с концентрациями 0,1; 0,01; 0,001; 0,0001 М разбавлением исходного 1 М раствора соли.

Для измерения потенциала соберите гальванический элемент. Для этого в один стакан вместимостью 50 см³ налейте 25,0 см³ самого разбавленного раствора и погрузите в него соответствующую металлическую пластину. В другой стакан налейте 25,0 см³ насыщенного раствора хлорида калия и погрузите в него хлорсеребряный электрод. Стаканы соедините при помощи электролитического мостика. Запишите показания иономера в табл. 1.

Проведите измерения $\Delta E_{\text{эксп}}$ всех систем в порядке увеличения концентрации ионов металла, включая исходный раствор. Полученные данные внесите в табл. 1.

Таблица 1

№ оп.	Концентрация электролита		Показание прибора $\Delta E_{\text{эксп}}$, В	Потенциал электрода $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}$, В	Эксперим. $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$, В	Среднее эксперим. $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$, В	Справочное $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$, В	Относит. погрешность, %
	C, моль/дм ³	lg C						
1	0,0001							
2	0,001							
3	0,01							
4	0,1							
5	1,0							

Рассчитайте потенциал исследуемого электрода относительно водородного электрода:

$$E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}} = \Delta E_{\text{эксп}} + E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^0,$$

где $E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^0$ – потенциал хлорсеребряного электрода, 0,201 В.

Результаты занесите в табл. 1.

Стандартные электродные потенциалы рассчитайте двумя способами:

– Используя уравнение Нернста рассчитайте экспериментальное значение $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$.

Результаты занесите в табл. 1. Определите среднее значение $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$ и сравните его со справочными данными;

– Графический метод: постройте график зависимости $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}} = f(\lg C)$. По графику определите экспериментальное значение $E_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}}^0$.

Сделайте вывод о влиянии концентрации ионов металла на величину электродного потенциала.

Опыт 2. Определение окислительно-восстановительного потенциала редокси-электрода

Приготовьте в химических стаканах смеси растворов солей Fe (II) и Fe (III) в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

№ оп.	[Fe ²⁺], М (V = 10 см ³)	[Fe ³⁺], М (V = 10 см ³)	$\frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]}$	Показание прибора $\Delta E_{\text{эксп}}$, В	Потенциал электрода $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}$, В	Эксперим. $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0$, В	Среднее эксперим. $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0$, В	Справочное $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0$, В	Относит. погрешность, %
1	1	1							
2	1	0,1							
3	0,1	1							
4	0,1	0,1							

Проведите измерения ЭДС ($\Delta E_{\text{эксп}}$) всех систем, погрузив в исследуемую окислительно-восстановительную пару платиновый и хлорсеребряный электроды. Полученные данные внесите в табл. 2.

Рассчитайте потенциал исследуемого электрода относительно водородного электрода (аналогично оп. 1). Результаты занесите в табл. 2.

Используя уравнение Нернста рассчитайте экспериментальное значение $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0$. Результаты занесите в табл. 2. Определите среднее значение $E_{Fe^{3+}/Fe^{2+}}^0$ и сравните его со справочными данными.

Опыт 3. Изучение влияния pH на величину окислительно-восстановительного потенциала редокси-электрода

Приготовьте в химических стаканах смеси растворов пероксида водорода (5 %), воды и серной кислоты (1 М) или гидроксида натрия (1 М) в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

№ оп.	V(H ₂ O ₂), см ³	V(H ₂ O), см ³	V(H ₂ SO ₄) или V(NaOH), см ³	pH	Показание прибора $\Delta E_{\text{эксп}}$, В	Потенциал электрода $E_{H_2O_2}$, В	Эксперим. $E_{H_2O_2}^0$, В	Справочное $E_{H_2O_2}^0$, В	Относит. погрешность, %
1	5	20	–						
2	5	15	5 (H ₂ SO ₄)						
3	5	–	20 (H ₂ SO ₄)						
4	5	15	5 (NaOH)						
5	5	–	20 (NaOH)						

Проведите измерения величин pH и ЭДС ($\Delta E_{\text{эксп}}$) всех систем, погрузив в исследуемую окислительно-восстановительную пару платиновый и хлорсеребряный электроды. Полученные данные внесите в табл. 3.

Рассчитайте потенциал исследуемого электрода относительно водородного электрода (аналогично оп. 1). Результаты занесите в табл. 3.

По полученным данным постройте график зависимости $\Delta E_{\text{эксп}} = f(pH)$. Определите по графику электродный потенциал пероксида водорода при pH = 0, сравните его со справочными данными.