

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования «Витебский государственный
университет имени П.М. Машерова»
Кафедра химии

Н.А. Степанова

ХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И ТЕХНОЛОГИЯ С ОСНОВАМИ ХИМИИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*Методические рекомендации
к лабораторным работам*

*Витебск
ВГУ имени П.М. Машерова
2016*

УДК 546(075.8)+577.1(075.8)
ББК 24.117я73+28.072я73
С79

Печатается по решению научно-методического совета учреждения образования «Витебский государственный университет имени П.М. Машерова». Протокол № 1 от 25.10.2016 г.

Автор: кандидат биологических наук, доцент кафедры химии ВГУ имени П.М. Машерова **Н.А. Степанова**

Рецензент:
заведующий кафедрой химии ВГУ имени П.М. Машерова,
кандидат биологических наук, доцент *О.М. Балаева-Тихомирова*

Степанова, Н.А.

С79 Химический синтез и технология с основами химии окружающей среды : методические рекомендации к лабораторным работам / Н.А. Степанова. – Витебск : ВГУ имени П.М. Машерова, 2016. – 54 с.

Методические рекомендации к лабораторным работам по синтезу неорганических веществ составлены в соответствии с учебной программой по дисциплине «Химический синтез и технология с основами химии окружающей среды».

Издание предназначено для студентов биологического факультета специальности 1-02 04 01 – Биология и химия.

УДК 546(075.8)+577.1(075.8)
ББК 24.117я73+28.072я73

© Степанова Н. А., 2016
© ВГУ имени П.М. Машерова, 2016

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	5
1. Общие правила безопасного поведения в лаборатории синтеза	6
2. Планирование синтеза	7
3. Синтезы неорганических веществ	12
3.1. Приготовление растворов и синтез хлорида аммония (учебный синтез)	12
3.2. Синтезы неорганических соединений на основе окислительно-восстановительных реакций	21
3.3. Получение газов. Синтезы с участием газов	30
3.4. Синтез комплексных соединений и двойных солей	41
4. Методические рекомендации к зачетному синтезу	44
5. Пример контроля студентов для допуска к выполнению лабораторной работы	50
6. Пример заданий для контроля по модулю: синтез неорганических соединений	51
Литература	53

МЕТОДОЛОГИЯ ПОДГОТОВКИ И ПРОВЕДЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

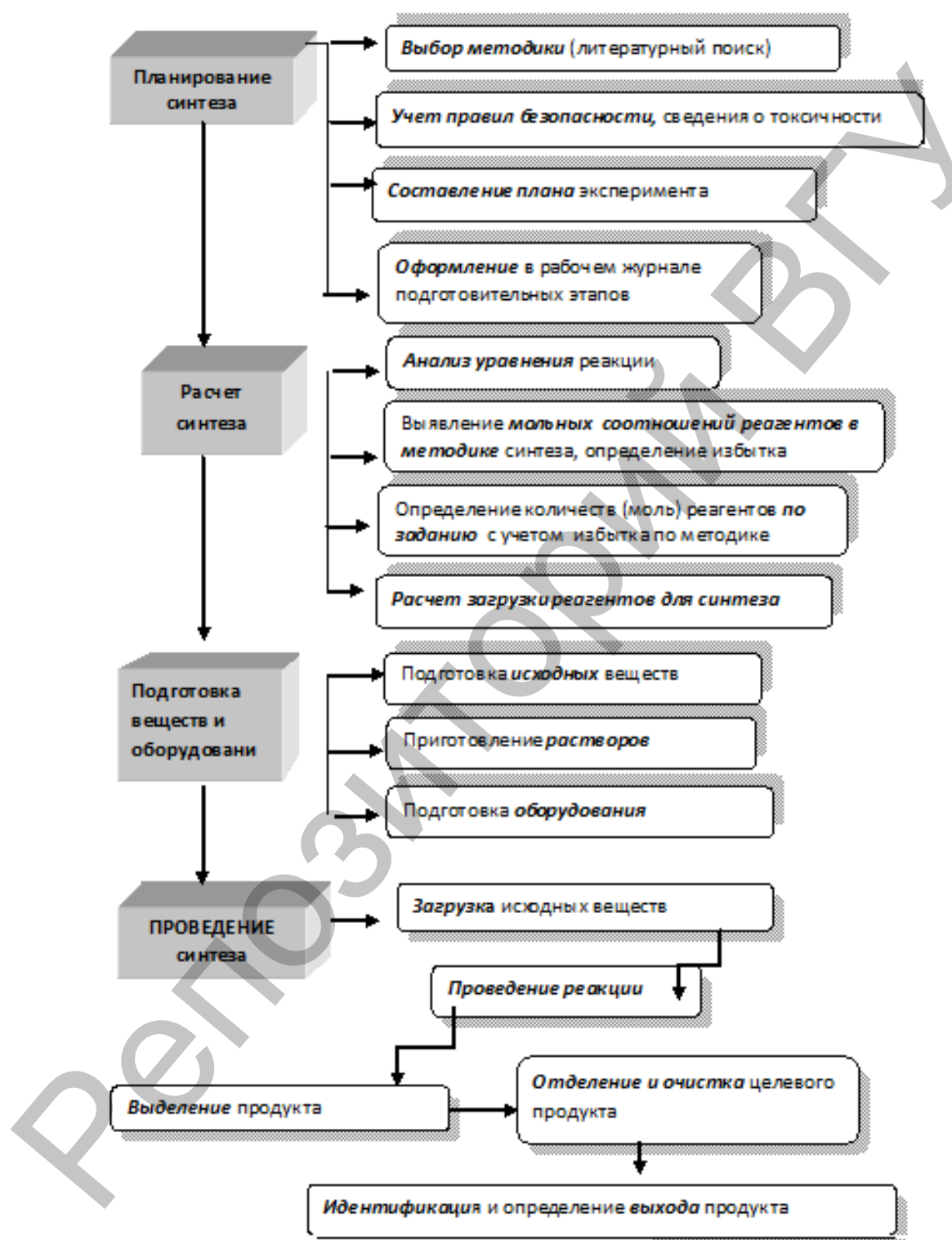


Рисунок 1 – Методология подготовки и проведения химического синтеза

ВВЕДЕНИЕ

Учебная дисциплина «Химический синтез и технология с основами химии окружающей среды» является заключительным этапом химической подготовки студентов. Этот курс интегрирует знания и практические умения по химии.

Целью изучения дисциплины «Химический синтез и технология с основами химии окружающей среды» является формирование у студентов системы знаний и практических умений в области синтеза химических соединений, развитие навыков синтетического мышления, направленного на решение синтетических задач в области химии; формирование у студентов системы знаний о крупнотоннажном производстве, обуславливающим обмен веществ между человеком и окружающей средой.

Профессионально-педагогическая направленность этой учебной дисциплины заставляет рассматривать ее в контексте специально-методической подготовки студентов к использованию различных форм и видов учебного химического эксперимента.

Задачи:

- систематическое изучение методов синтеза химических соединений;
- овладение методологией синтеза химических веществ;
- формирование навыков осуществления препаративных многостадийных синтезов химических соединений;
- упрочнение навыков определения строения и физико-химических характеристик синтезированных соединений;
- формирование умений конструирования и демонстрирования простейших моделей превращения веществ в процессе химического производства;
- формирование умений грамотного оценивания роли и последствий развития химической индустрии в связи с экологическими проблемами, а также грамотного экологического поведения.

Химический синтез (от греч. *synthesis* – соединение) – это целенаправленное получение одних веществ из других (и не только из простых веществ). Синтез включает совокупность последовательных действий, показанных на схеме рисунка 1. Первые два этапа включают содержание подготовительного этапа синтеза. Третий и четвертый этап представляет собой химический эксперимент.

Студенты готовятся к занятиям во внеаудиторное время после получения задания. Подготовка включает работу со справочной и учебной литературой, расчет синтеза, оформление подготовительных этапов в рабочем журнале, который предъявляется преподавателю перед началом занятия для получения допуска к эксперименту.

1. ОБЩИЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОГО ПОВЕДЕНИЯ В ЛАБОРАТОРИИ СИНТЕЗА

Вход в лабораторию разрешается *только преподавателем*, ведущим занятие, в случае научной работы – *научным руководителем* при условии проверки знаний по технике безопасности.

Запрещается находиться в лаборатории одному, так как в случае необходимости некому будет оказать помощь.

Халат надевать и снимать следует вне лаборатории, так как при этом можно смахнуть что-нибудь со стола. Сумки следует поставить в специально отведенное место, запрещается ставить их на рабочие столы и подоконники.

Заняв рабочее место, следует осмотреть его. Сообщить преподавателю, если на рабочем месте разлита жидкость, имеются остатки кристаллического вещества.

Перед выполнением работы проверить по списку наличие оборудования (как правило, на столе) и реагентов (под тягой). Пользоваться только своей посудой и оборудованием, если обнаружили их нехватку – обратиться к лаборанту.

Посуда должна стоять на столе впереди, примерно на расстоянии вытянутой руки, нельзя ставить посуду на край стола, так как при выполнении записей можно смахнуть посуду локтем.

В лаборатории не разрешается бегать, так как можно что-нибудь разбить, громко разговаривать, так как повышенный голос необходим для привлечения внимания преподавателя в случае опасности. Если что-то случилось, следует четко позвать преподавателя и сказать, что произошло.

Категорически запрещается употребление пищи, так как вовнутрь может попасть ядовитое вещество. Для утоления жажды необходимо пользоваться столовой посудой из лаборантской, преподавательской или одноразовой.

Необходимо консультироваться с преподавателем в случае затруднения выбора реактивов, оборудования, обезвреживания отходов, по выполнению работы.

Следить за тем, чтобы не перепутать склянки и пробки к ним.

Сдать прибранное рабочее место лаборанту (помыть посуду, собрать оборудование по списку). Во время *синтезов органических веществ*, посуду *водой можно мыть не всегда*, поэтому следует проконсультироваться у преподавателя.

Обязанности дежурного

- Перед занятиями проверить наличие дистиллированной воды.
- Получить дополнительное оборудование и реактивы.

- В случае необходимости приготовить колотый лед. Порядок приготовления льда для водно-ледовой бани следующий:

- достать пластиковую упаковку со льдом из холодильника в моечной комнате;

- пластиковую упаковку завернуть в достаточно большой кусок ветоши, собрав концы вместе;

- ударяя молотком по пластиковой упаковке, расколоть лед в специально отведенном месте;

- развернуть ветошь, отобрать мелкие кусочки, продолжить измельчение (диаметр кусочков приблизительно 2-3 см) обязательно под защитой ветоши, мелкие кусочки льда могут травмировать глаза;

- упаковку сдать лаборанту*.

- Обращаться к лаборанту в случае отсутствия необходимых реактивов и оборудования.

- В конце занятия сдать оборудование лаборанту и проследить, чтобы студенты сдали рабочие места в порядке.

*Чтобы приготовить водно-ледовую баню ко льду приливают столько воды, чтобы охлаждаемый сосуд не плавал, а надежно стоял.

2. ПЛАНИРОВАНИЕ СИНТЕЗА

Выбор методики синтеза (литературный поиск). Для синтеза вещества недостаточно знать возможные способы получения вещества данного класса. Необходима конкретная методика, которая дает подробное описание операций, соотношение реагентов, особенности выделения и очистки целевого продукта. Литература для поиска методик указана в конце пособия.

Если найдено несколько методик, которые отличаются друг от друга, то при выборе берут во внимание:

- доступность реактивов и оборудования;
- токсичность веществ, возможность обеспечения безопасной работы;

- длительность и простота операций;

- выход конечного продукта и легкость его очистки.

Если проводятся учебные синтезы, то студентам выдается готовая методика. Вышеописанный этап поиска есть только для учебно-исследовательских синтезов, а также для самостоятельной работы.

Сведения о токсичности веществ и правил безопасного обращения с ними. Методики, которые включают особенно токсичные вещества, обычно в практике учебных синтезов не применяют. Но даже самые обыкновенные реактивы могут быть небезопасными для здоровья, если с ними неправильно обходиться.

Обязательным требованием при проведении каждого синтеза является получение сведений о токсичности веществ по схеме: влияние на организм, симптомы отравления, меры помощи и условия безопасной работы. Данные берутся со справочной литературы, указанной в учебной программе и вносятся в таблицу 2.

Далее в дневнике в разделе «Теоретические основы синтеза» студенты должны описать возможные способы получения веществ данного класса; реакции, которые лежат в основе выбранного пути синтеза и их механизм (в органическом синтезе); побочные процессы. Кроме этого, в кратком виде, даются ответы на вопросы, приведённые в методических рекомендациях к каждому конкретному синтезу. В этом подготовительном разделе даются расчеты, когда они предусмотрены заданием; указываются химические особенности препарата. При подготовке теоретического раздела можно пользоваться любыми учебниками по общей неорганической и органической химии и рекомендуемой литературой по синтезу.

Составление плана выполнения синтеза (мысленный эксперимент) имеет цель реальной организации рабочего времени. Он совмещается с отчетом о ходе работы (Таблица 4). Нужно выделить основные стадии синтеза и их продолжительность, возможность совмещения стадий во времени, выделить пассивные стадии, во время которых можно оформлять работу и сдавать преподавателю.

Оформление рабочего дневника ведется по единой форме. *Схема оформления синтеза в рабочем журнале:*

- 1) название работы, дата (с новой страницы);
- 2) цель работы (масса конечного продукта и практические умения);
- 3) теоретические основы синтеза;
- 4) физико-химические особенности исходных веществ и продуктов реакции (по форме таблицы 1, оформляется на отдельной странице) данные находят в справочнике химика;

Таблица 1 – Сведения о физико-химических свойствах веществ

Вещество	Химическая формула	Мг	$P, \text{г/см}^3$	Температура		Растворимость		Внешний вид	Другие данные
				плавления	кипения	в воде	в органических растворителях		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

5) сведения о токсичности и мерах безопасной работы (по форме таблицы 2 оформляется на одной странице в альбомном положении);

6) расчет синтеза: ход расчета, составление сводной таблицы расчетов (Таблица 3);

7) список оборудования и реактивов; лабораторные методы, которые используются в работе;

8) ход работы с выделением всех стадий и операций и указанием отклонений (Таблица 4). Таблица оформляется на развороте – две страницы; на первой – 1, 2, 3 колонки, на второй – остальные.

9) определение практического выхода продукта, материальный баланс.

Таблица 2 – Сведения о токсичности реagensов

Вещество	Группа хранения	Класс опасности	Последствия проникновения с помощью при попадании реактива:	Меры помощи	Пожароопасность	Нейтрализатор	Уборка. Обезвреживание
1	2	3	4	5	6	7	8
			в глаза— на кожу— внутри—				

Таблица 3 – Данные расчета синтеза

Вещество	М г/моль	Стехиометрические соотношения	Расчет количеств reagensов					
			По методике			По заданию		
			Количественные характеристики	п, моль	Избыток, п-кратность	п, моль	Содержание вещества в растворе, C, w	Загрузка, в реальных единицах измерения
1	2	3	4	5	6	7	8	9

Таблица 4 – Отчет о ходе работы

Название стадии, операции	Рисунок прибора (или краткое описание), условия	Правила безопасности	Наблюдения	Уравнения реакций, объяснение явлений
1	2	3	4	5

При небольшом количестве лабораторных работ подобная форма записи способствует осмысленному выполнению работы, повторяющаяся алгоритмичность дисциплинирует ум, помогает запомнить последовательность действий при подготовке к синтезу и его выполнению.

Рекомендации к расчету синтеза

При выполнении синтезов исходные вещества нельзя брать на «глазок». Отклонения от соотношения реагентов, предлагаемых методикой, могут вызвать нежелательные побочные реакции, изменить скорость процессов, затруднить выделение и очистку целевых продуктов. Как правило, расчеты и отмеривание реагентов проводят с точностью до 0,02 г, а в случае объемов до 0,05 см³.

В большинстве случаев расчеты строятся на использовании в равных вариантах четырех формул.

$W_{в-ва} = \frac{m_{в-ва}}{m_{смеси}}$	$n_{в-ва} = \frac{m}{M}$	$\rho_{p-ра} = \frac{m_{p-ра}}{V_{p-ра}}$	$C_{в-ва} = \frac{n_{в-ва}}{V_{p-ра}}$
---	--------------------------	---	--

Одна из основных целей расчета – выявление мольных соотношений реагентов, рекомендуемых методикой. Эти соотношения могут отличаться от стехиометрических, так как в процессе создания синтезов в эксперименте учтена необходимость избытка того или иного реагента вследствие его потери по каким либо причинам. Только зная соотношение количеств веществ, определив избыточные реагенты, можно осознанно проводить все операции синтеза, контролировать правильность загрузки и остальных расчетов синтеза.

План проведения расчетов и заполнение таблицы 3.

1. *Определение стехиометрических соотношений.* Определяется по стехиометрическим коэффициентам в уравнении реакции (графа 3)

2. *Определение количеств веществ и их соотношений по методике (графы 4,5).* При этом следует учитывать, что методики (прописи) получения веществ даны в различных вариантах. Их можно объединить в 4 варианта.

Пусть имеется модельная реакция: $A + 2B = AB_2$.

1-й вариант. В методике сразу указываются количества веществ в молях, например $n(A) = 2$ моль; $n(B) = 4,2$ моль.

Следует найти их соотношение $n(A):n(B) = 2:4,2 = 1:2,1$.

2-й вариант. Методики исходят из объемов или масс чистых реагентов, например масса (A) = 2г, объем (B) = 10см³.

Следует перевести все данные в количество вещества и потом, их соотношение. Количества вещества необходимо считать с точностью до

двух значащих цифр, (иначе говоря, до двух цифр после всех нулей) например, если расчет показывает что $n = 0,00126$, то следует взять число 0,0013 моль, так как в случае уменьшения до 0,001 при больших молярных массах можно получить не тот выход, который возможен.

3-й вариант. В методиках используются массовые доли или концентрации растворов. В таком случае необходимо перевести данные по известным формулам в количества вещества и далее найти их соотношение.

4-й вариант. Методики исходят из насыщенных растворов. Для расчета следует найти по справочнику коэффициенты растворимости K_s

веществ, выразить через них массовые доли по формуле $w = \frac{K_s}{100 + K_s}$, далее найти мольное соотношение реагентов.

3. *Определение избытка реагентов (графа 6).* Кратность избытка определяется так. Пусть соотношение в первом варианте методики

$$n(A) : n(B) = 2 : 4,2 = 1 : 2,1; \text{ в общем случае } 1 : k.$$

По уравнению модельной реакции это соотношение равно 1 : 2.

При $k > 2$ – в избытке вещество В, кратность избытка его равна $k/2$.

При $k < 2$ – в избытке вещества А, кратность его избытка равна $2/k$

4. *Расчет количеств веществ по заданию (графа 7).* Определяется по уравнению реакции согласно стехиометрических соотношений с учетом избытка. Например, в модельной реакции рассчитано, что по заданию нужно получить 3 моль продукта. Тогда количество вещества А будет равно 3 моль, а количество вещества Б равно $3 \times 2 \times 1,05 = 6,3$ (моль).

5. *Расчет загрузки* (графы 8, 9). Загрузку исходных реагентов рассчитывают в той форме, которая удобна для отмеривания веществ. Обычно концентрации имеющихся в лаборатории веществ не совпадают с таковыми, указанными в методике. Поэтому перед началом расчета загрузки следует уточнить у преподавателя или лаборанта лабораторные показатели концентраций реагентов, либо провести экспериментальное их определение.

Прием расчеты загрузки аналогичны описным в пункте 2 с тем отличием, что здесь обратная задача: по известному количеству вещества определить массы или объемы исходных реагентов.

3. СИНТЕЗЫ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

3.1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ И СИНТЕЗ ХЛОРИДА АММОНИЯ (УЧЕБНЫЙ СИНТЕЗ)

Цель: научиться готовить растворы, теоретически обоснованно планировать синтез, производить расчеты. Практически изучить основные лабораторные приемы работы: *охлаждение, перемешивание, упаривание, фильтрование, высушивание. Синтезировать хлорид аммония из хлороводородной кислоты и раствора аммиака.*

Задание 1. Измерить плотности жидких реагентов в лаборатории, необходимых для синтеза (продажные хлороводородная, серная, азотная кислоты и раствор аммиака).

Чтобы измерить плотность, необходимо:

- в справочнике найти данные продажных реактивов (т.е. поступающих в лабораторию в технологической упаковке), где указаны их концентрации и плотности;
- в цилиндр налить жидкость для измерения плотности на две третьих его объема, поставить рядом стакан с водой для ополаскивания ареометра, чтобы концентрированные кислоты не капали на пол лаборатории при их ополаскивании под краном водопровода;
- подобрать в наборе соответствующий ареометр и опустить его в цилиндр с реактивом по стенке, при этом цилиндр следует немного наклонить, чтобы не было резкого падения ареометра на дно. Выпрямить цилиндр, установив его на горизонтальную плоскость и снять показания шкалы на уровне глаз.
- ареометр аккуратно перенести в рядом стоящий стакан с водой и ополоснуть его, затем ополоснуть под краном, высушить ветошью и вернуть в набор, реактив слить в склянку для хранения. Если ареометр «утонул», закрыть отверстие цилиндра стеклянной пластинкой, оставляя небольшое отверстие, через которое слить реактив в склянку и извлечь ареометр (в перчатках), вымыть его.

Если измерялась плотность концентрированных кислот, то в цилиндр после слива реактива налить воды доверху, чтобы пары улетучились в вытяжном шкафу, слить ее. Необходимо учесть, что дальнейшее измерение плотности в данном цилиндре проводить нельзя, так как он будет влажным, что изменит плотность измеряемого реактива.

Необходимо помнить, что при наполнении цилиндра водой после летучих кислот, их пары вытесняются водой и могут обжечь слизистые. Поэтому не следует наклоняться над сосудом, и первый этап промывки нужно выполнить под тягой.

- по справочнику, пользуясь таблицами соответствия плотностей и содержания растворенных веществ, найти соответствующие данной плотности значения массовой доли и концентрации растворенных веществ.

- заполнить таблицу (5) на доске и в рабочем журнале

Данные таблицы необходимы будут для расчета синтеза при подготовке к занятиям.

Таблица 5 – Плотность основных реактивов для приготовления разбавленных растворов из них

Растворы веществ	Плотность, ρ (г/см ³)	Массовая доля, w	Концентрация, C (моль/л)	Примечание
HNO ₃				Концентрация сравнительно постоянная, но на свету может разлагаться
H ₂ SO ₄				Гигроскопична, концентрация меняется при неправильном хранении
HCl				Летучая, концентрация изменяется в течение месяца, а при неправильном хранении – очень быстро
NH ₃				Очень летучий. Концентрация меняется быстро.

Задание 2. Синтезировать хлорид аммиака соответствующей массы (по заданию преподавателя).

Оформление работы в журнале.

1. Перед занятием повторить *теоретические основы синтеза* (составить краткий конспект)¹.

а) Получение солей аммония, их отношение к щелочам.

б) **Разложение солей аммония; типы реакций разложения.

в) Проявляют ли соли аммония восстановительные свойства?

Так как первый синтез учебный, то все остальные задания выполняются и оформляются на занятии, под руководством преподавателя.

2. Заполнить таблицу 1 – *Сведения о физико-химических свойствах веществ*.

В данной работе используются растворы веществ, поэтому можно не заполнять рекомендуемую таблицу, а лишь привести данные для NH₄Cl из справочника химика.

3. Заполнить таблицу 2 – *Сведения о правилах работы с реактивами*, пользуясь справочными таблицами А.С. Семенова [13].

¹**Примечание:** вопросы без звездочек – основной уровень усвоения,

* – повышенный уровень, ** – углубленный уровень усвоения.

4. Провести расчёт количеств веществ, участвующих в реакции; определить загрузку исходных веществ. Результаты расчётов свести в таблицу (3).

Помните: количества веществ, участвующих в реакции, необходимо вычислять при любом способе расчёта. Только в этом случае легко контролировать правильность расчёта и самому студенту и преподавателю. Для расчета изучите методику синтеза (пропись получения вещества). Переписывать в тетрадь не следует.

Методика синтеза. В стакан помещают раствор аммиака, соответствующий количеству аммиака 0,11 моль, охлаждают в кристаллизаторе на водно-ледяной бане и осторожно, по порциям, добавляют рассчитанный объём раствора соляной кислоты в количестве 0,1 моль. Реакционную смесь при этом постоянно перемешивают круговыми движениями руки. Нужно избегать сильного выделения «дыма». После окончания добавления соляной кислоты проверяют реакцию среды по универсальному индикатору: она должна быть слабощелочной ($pH=8$).

Затем смесь нагревают на сетке почти до кипения, фильтруют горячим через складчатый фильтр в фарфоровую чашку и выпаривают до появления плёнки на поверхности раствора. После охлаждения осадок отсасывают в вакууме, отжимают и высушивают при 40 – 50 °С. В ходе сушки определяют потери вещества в фильтрате по его объёму и данным по растворимости NH_4Cl . Фильтрат следует сдать преподавателю или дежурному для получения дополнительного количества вещества).

Приведённую методику необходимо изучить и заранее составить план работы, обозначив каждый этап по его главной операции и отметив «пассивные» стадии. Так, этапы данной работы могут быть следующие:

1. Стадия подготовка реагентов
2. Стадия нейтрализации аммиака.
3. Выделение вещества из раствора упариванием и охлаждением раствора соли.
4. Отделение осадка.
5. Высушивание соли, взвешивание.
6. Определение потерь.

Ход работы принято записывать в виде чётко структурированной схемы (Таблица 4) Особенно обращается внимание на наблюдения и отклонения от стандартной методики.

5. *Подготовка веществ и оборудования.* Изучите содержание прописи и приведите обоснование необходимости следующего оборудования и реактивов:

Реактивы: соляная кислота и раствор аммиака.

Посуда и оборудование: кристаллизатор с водой и льдом, стаканчик на 100 мл измерительный цилиндр, пипетки для реактивов, плитка электрическая с асбестовой сеткой, стеклянная палочка, универсальный индикатор (бумага), выпарительная чашка, прибор для вакуумного фильтрования, фильтровальная бумага, ножницы.

Образец расчета синтеза

Пусть получено задание синтезировать 5 г хлорида аммония. Расчет провести по алгоритму.

1. Составить уравнение реакции:



2. **По заданию** необходимо получить:

$$n(\text{NH}_4\text{Cl}) = 5/53,5 = 0,093 \text{ (моль)}.$$

3. Стехиометрические соотношения:

$$n(\text{HCl}) : n(\text{NH}_3) : n(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1:1:1.$$

4. **По методике:**

$n(\text{NH}_3) : n(\text{HCl}) = 0,11 : 0,1 = 1,1 : 1$, следовательно, аммиак в избытке. Кратность избытка: $1,1/1 = 1,1$

5. Определить **загрузку** HCl :

$$n(\text{HCl}) = n(\text{NH}_4\text{Cl}) = 0,093 \text{ (моль)};$$

$$m(\text{HCl}) = 0,093 \cdot 36,5 = 3,4 \text{ (г)};$$

$$m(p\text{-ра HCl}) = 3,4/0,32 = 10,6 \text{ (г)}$$

$$V(p\text{-ра HCl}) = 10,6/1,163 = 9,1 \text{ (см}^3\text{)}.$$

Массовая доля кислоты определяется по справочнику на основании определения плотности концентрированного раствора соляной кислоты, имеющегося в лаборатории, в данном случае $1,163 \text{ г/см}^3$.

6. Определяем загрузку раствора аммиака.

$$n(\text{NH}_3) = 1,1 \cdot n(\text{HCl}) = 1,1 \cdot 0,093 = 0,1 \text{ (моль)}$$

$$m(\text{NH}_3) = 17 \cdot 0,1 = 1,7 \text{ (г)};$$

$$m(p\text{-ра NH}_3) = 1,7/0,25 = 6,8 \text{ (г)},$$

$$V(p\text{-ра NH}_3) = 6,8/0,886 \approx 7,7 \text{ (см}^3\text{)}.$$

Массовая доля аммиака в растворе определяется по справочнику на основании определения плотности имеющегося в лаборатории раствора, в данном случае плотность раствора получилась $0,886 \text{ г/см}^3$.

Примечание. Определение мольного соотношения по методике необходимо, чтобы понять, какое вещество берется в избытке. Прописи составлены на основе многократного получения данного вещества, с учетом потерь во время синтеза. Например, в данном синтезе аммиак улетучивается при проведении реакции, поэтому для более точного выхода продукта аммиака следует взять немного больше (по методике в 1,1 раза), чем по уравнению реакции.

Таблица 6 – Таблица расчета синтеза хлорида аммония

Вещество	М г/моль	Стехиометрические соотношения	Расчет количеств реагентов					
			По методике			По заданию		
			Количественные характеристики	п, моль	Избыток п-кратность	п, моль	Содержание вещества в растворе, С, w	Загрузка в реальных единицах измерения
1	2	3	4	5	6	7	8	9
NH ₄ Cl	53,5	1	–	0,1				
NH ₃	17	1	–	0,11	1,1			
HCl	36,5		–	0,1				

Во время сушки готового препарата рассчитывают *массовую долю выхода аммоний хлорида*. Для этого замеряют объем маточного раствора (раствор после отделения осадка аммоний хлорида).

Пример расчета.

- Пусть объем маточного раствора получился 3 см³.
- По справочнику коэффициент растворимости аммоний хлорида – 26 г на 100 г воды. Отсюда массовая доля аммоний хлорида в нем:

$$w = K_s / (K_s + 100); w = 26 / (100 + 26) = 0,21;$$

- по массовой доле находят в справочнике плотность, она равна 0,93.

- Масса раствора аммоний хлорида равна
0,93 · 3 = 2,79 (г).

- Масса аммоний хлорида, оставшегося в растворе равна
2,79 · 0,21 (по справочнику) = 0,58 (г).

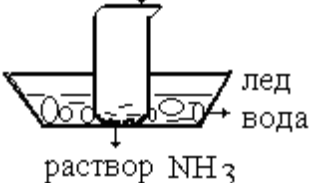
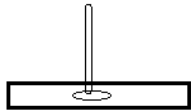
- Массовая доля выхода аммоний хлорида по полученному препарату рассчитывается по формуле:

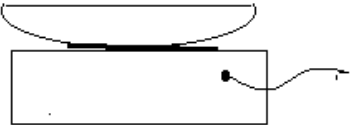
$$w_{\text{вых.}}(\text{NH}_4\text{Cl}) = m(\text{NH}_4\text{Cl})_{\text{крис.}} / 5.$$

- Общая массовая доля выхода аммоний хлорида рассчитывается по формуле:

$$w_{\text{вых.}}(\text{NH}_4\text{Cl}) = (m(\text{NH}_4\text{Cl})_{\text{крис.}} + m(\text{NH}_4\text{Cl}), \text{рассчитанного по } K_s) / 5$$

Таблица 7 – Образец составления отчета о работе (колонки 4 и 5 заполнить самостоятельно)

Этапы синтеза	Операции, условия и особенности их проведения	Правила безопасности	Наблюдения	Объяснение, уравнения реакции
1	2	3	4	
Подготовка реактивов	Отмеривание растворов. Объем раствора аммиака =.... Объем раствора хлороводородной кислоты =...	Работать под тягой!	Растворы «дымят»	Растворы концентрированные
Синтез вещества	<i>а) нейтрализация</i>  Условия. Для уменьшения потерь добавлять реагент порциями, интенсивно помешивать, охлаждать. <i>б) Проверка pH.</i>  Доводим pH до ≈ 8. Добавляем по каплям раствор NH_3. После 2-3-х капель берем пробу pH.	Работать под тягой!		

Выделе- ние NH_4Cl из раствора	<i>Метод кристаллизации</i> а) упаривание реакционной массы.  Условия: -нагревать на асбестовой сетке на электроплитке; при появлении кристаллов на стенках - выпарительной чашки, осторожно покачивать ее, смывая кристаллы со стенок чашки. -до появления пленки на поверхности б) охлаждение:  сначала на воздухе, потом на ледяной бане.	Не наклонять- ся над выпарительной чашкой		
Отделе- ние осадка	<i>Фильтрование при пониженном давлении.</i> (Зарисовать прибор) Перенести содержимое выпарительной чашки на фильтр. Осадок, если необходимо промыть водой,* отжать стеклянной пробкой	Проверить целостность посуды. Колбу Бунзена обернуть ветошью		

Сушка NH_4Cl	Сушка в сушильном шкафу. Проверка влажности сухой стеклянной палочкой, кристаллы на ней не задерживаются.		
Определение выхода	а) Измерение объема фильтрата		
	б) Взвешивание сухого препарата на тарной лодочке		
Идентификация NH_4Cl	Заполнить самостоятельно		

*Примечание. Промывать следует ледяной дистиллированной водой, используя не более 1 см^3 .

Вопросы по практической части для защиты работы

1. Приёмы нагревания и перемешивания реакционных смесей.
2. *Какие осложнения могут возникать при упаривании раствора соли аммония? Как их избежать?
3. Опишите последовательность операций при работе с прибором для фильтрования при пониженном давлении.
4. *Почему при промывании осадка NH_4Cl пользуются несколькими каплями (до 1 мл максимум-2 мл при большей загрузке) ледяной воды?
5. *Можно ли использовать для промывки растаявший лёд из холодильника?
6. Нужно ли контролировать температурный режим при сушке полученной соли? Какими методами сушки можно заменить термическое высушивание?

Упражнения

Расчеты по приготовлению растворов

1. *Провести расчет для приготовления 500 см^3 раствора с массовой долей карбоната натрия 0,2 из декагидрата карбоната натрия. (Ответ. 270 г соли; 230 см^3 воды).
2. *Провести расчет для приготовления 2 дм^3 раствора с концентрацией сульфата меди(II) $0,25 \text{ моль/дм}^3$ из медного купороса. (Ответ. 125 г соли).
3. *Рассчитать объем раствора с концентрацией КОН 2 моль/дм^3 для приготовления 0,1 М раствора КОН объемом 5 дм^3 ? (Ответ. 250 см^3).
4. *Рассчитать объем раствора азотной кислоты ($\rho = 1,2 \text{ г/см}^3$) для приготовления 2М раствора азотной кислоты объемом 200 см^3 ? (Ответ. 62 см^3).
5. Из $25,00 \text{ см}^3$ раствора HCl получен хлорид серебра массой 2,87 г. Какой объем раствора HCl надо взять, чтобы при разбавлении водой получить 0,15 М раствор объемом 2 дм^3 ? (Ответ. 375 см^3).
6. *В лаборатории имеется 200 см^3 раствора азотной кислоты плотностью $1,4 \text{ г/см}^3$. Какой объем воды следует добавить в исходный, чтобы получить 2 М раствор? (Ответ. 1488 см^3).
7. Смешали 500 см^3 раствора с массовой долей гидроксида калия 0,1 и 300 см^3 раствора с массовой долей КОН 0,2. Вычислить массовую долю и молярную концентрацию вещества в полученном растворе. (Ответ. 14%; $2,8 \text{ моль/дм}^3$).
8. **Провести расчет для получения раствора с массовой долей серной кислоты 0,1 из имеющегося в лаборатории 350 мл раствора плотностью $1,531 \text{ г/см}^3$ с массовой долей серной кислоты 0,63. (Ответ. Следует добавить 2840 см^3 воды).
9. Какой объем раствора уксусной кислоты ($\rho = 1,055 \text{ г/см}^3$) надо взять для приготовления 2 дм^3 2 М раствора? (Ответ. $232,5 \text{ см}^3$.)

10. Какие объемы растворов с массовыми долями гидроксида натрия соответственно 0,5 и 0,2 надо взять для приготовления 500 см³ раствора с массовой долей вещества 0,4? (Ответ. 312 см³; 195 см³.)

11. *Какие объемы 2,0 и 0,2 М растворов КОН потребуется для приготовления 1,8 л 0,6 М раствора? (Ответ. 400 см³; 1400 см³.)

12. *Какую массу медного купороса следует прибавить к 270 см³ воды, чтобы получить 10%-й раствор сульфата меди (II)? (Ответ. 50 г.)

13. *Для синтеза необходимо приготовить 400 г 20%-го карбоната натрия. Как его приготовить из имеющегося в лаборатории 10%-го раствора карбоната натрия и кристаллической соды? Ответ. 148 г кристаллической соды и 252 г 10% раствора карбоната натрия.

14. **Для биохимического исследования необходимо приготовить 20%-й раствор хлористого водорода ($\rho=1,18\text{ г/см}^3$). Как его приготовить из имеющегося в лаборатории 36%-го раствора соляной кислоты ($\rho=1,20\text{ г/см}^3$)? (Ответ. Следует смешать воду и раствор соляной кислоты в отношении 1:1,25).

15. От синтеза в лаборатории остались растворы: 100 см³ раствора плотностью 1,05 г/см³ с массовой долей азотной кислоты 0,1 и 150 мл раствора плотностью 1,12 г/см³ с массовой долей азотной кислоты 0,2. Лаборант слил эти растворы в один сосуд. Какова массовая доля азотной кислоты в полученном растворе? (Ответ. 0,16).

3.2. СИНТЕЗЫ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА ОСНОВЕ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫХ РЕАКЦИЙ

Для обоснования синтезов на основе окислительно-восстановительных реакций необходимо повторить:

1. Понятие электродного потенциала системы полуреакции (окисленной формы, восстановленной формы химического элемента и, так называемых «связывателей»).

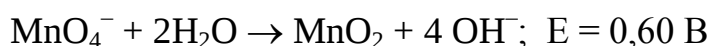
2. Определение возможности химической реакции с помощью таблиц электродных потенциалов.

Примеры практических заданий по теме.

1. *Обоснуйте возможность протекания окислительно-восстановительной реакции между HCl и PH₃.

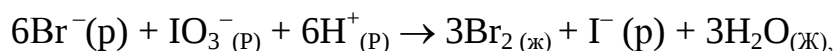
2. *Составьте уравнение реакции между иодистым калием и триоксоиодатом калия в сернокислой среде. Подберите коэффициенты ионно-электронным методом.

3. **Каков реальный потенциал системы:



при $C(\text{MnO}_4^-) = 10^{-2}$ моль/дм³ и $\text{pH} = 10$. В каких условиях потенциал увеличивается?

4. **Определить направление, в котором будет протекать реакция



если концентрации $[\text{Br}^-] = 0,1$ моль/ дм³, $[\text{Br}_2] = [\text{I}]$ моль/л, $[\text{I}^-] = 0,1$ моль/ дм³
 $[\text{IO}_3^-] = 0,001$ моль/ дм³, а $\text{pH} = 1$.

Синтез сульфата меди(II), пентагидрата, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. Электронная структура атома меди; степени окисления, валентность, координационные числа.
2. Соли меди(I) и меди(II): их физические свойства, термическая устойчивость, кристаллогидраты.
3. Электрохимические потенциалы систем, содержащих медь. Взаимодействие меди с кислотами.
4. Очистка солей меди: методы очистки, решение практических задач типа: «Можно ли очистить нитрат меди кристаллизацией из воды? Высаливанием? Методом химического осаждения?»

Синтез сульфата меди(II) пентагидрата основан на реакции металлической меди с концентрированной серной кислотой при нагревании:



Подберите коэффициенты в уравнении реакции. Найдите по справочнику значения стандартных потенциалов окислителя и восстановителя этой реакции. Какова ЭДС реакции в стандартных условиях? Какие факторы способствуют её протеканию в реальных условиях?

Рекомендации к проведению синтеза

- Расчёт количества реагентов следует проводить с учётом данного задания, известной концентрации H_2SO_4 и чистоты медной проволоки (обычно она содержит 10-15 % примесей).
- Кусочки меди следует измельчить ножницами.
- Реакцию целесообразно проводить при помешивании смеси стеклянной лопаткой, которую не следует вынимать из чашки в ходе синтеза.
- Серная кислота берётся в двойном избытке!
- Рекомендуемые массы продукта – 5-7 г.

Методика синтеза

К измельчённым кусочкам меди, помещённым в фарфоровую чашку, добавляют половину рассчитанного количества концентрированной H_2SO_4 и нагревают реакционную массу на плитке с асбестовой сеткой, периодически ее помешивая. Когда интенсивное выделение SO_2 закончится, добавляют вторую часть концентрированной H_2SO_4 и продолжают нагрев до полного исчезновения кусочков проволоки!

Осторожно! Не перегревайте реакционную смесь до появления черных паров. Реакционная масса должна слабо кипеть.

Если времени недостаточно, можно первую половину серной кислоты кипятить 20 минут, вторую половину – 20 минут, в этом случае реакция идет не до конца, поэтому темную густую смесь следует слить с проволоки в другую выпарительную чашку, остатки медной проволоки необходимо промыть, высушить и взвесить. Расчет массовой доли выхода тогда нужно вести по меди, которая израсходовалась.

К темной густой смеси, предварительно охлаждённой до 30-40 °С, добавляют 3-5 см³ воды, а затем 6-7 капель концентрированной азотной кислоты. Она доокисляет соль меди(I), которая образуется наряду с солью меди (II). Процесс доокисления следует вести при нагревании примерно в течение 7-10 мин.

Примечание! На стадии доокисления следует подготовить 50 см³ горячей воды для дальнейшей работы.

Затем к полученной смеси добавляют горячую воду в таком объёме, чтобы образовался прозрачный раствор. Не следует сильно увеличивать объём раствора, так как это потребует большого расхода времени на упаривание.

Горячий раствор фильтруют на воронке Шотта в вакууме водоструйного насоса и упаривают в фарфоровой чашке на плитке с сеткой до начала кристаллизации. Смесь охлаждают, кристаллы отфильтровывают, промывают 2 см³ холодной воды и высушивают при 50-60 °С.

Определяют выход пентагидрата сульфата меди(II) по отношению к заданному количеству. Проводят идентификацию продукта качественными реакциями.

Примечание! На этапе окисления меди, не переставая следить за ходом реакции, целесообразно получить $\text{Cu}(\text{OH})_2$ для дальнейшей очистки продукта методом осаждения. (Смотри ниже «Очистка сульфата меди»). Для этого к раствору полученного у преподавателя чистого медного купороса добавляют 2М раствор щёлочи до выпадения голубого желеобразного осадка. Осадок отфильтровывают на химической воронке, промывают водой и используют для очистки без высушивания.

Очистка сульфата меди(II) пентагидрата

Полученный препарат медного купороса загрязнён примесями солей металлов, содержащихся в используемой проволоке. Для очистки вторую половину препарата растворяют в минимальном количестве тёплой (40 °С) воды, прибавляют 3-4 лопатки свежесосаждённого гидроксида меди(II) и нагревают до кипения. При этом выпадают в осадок гидроксиды железа и других металлов. К отделённому от осадка раствору, добавляют по каплям 1М H₂SO₄ до кислой реакции по индикатору и упаривают до начала кристаллизации из горячего раствора.

Второй способ очистки основан на осаждении кристаллогидрата из его насыщенного раствора равным объёмом спирта. Сульфаты других металлов, присутствующие в небольших количествах, не осаждаются в данном случае спиртом, так как раствор относительно этих солей ненасыщен.

Вопросы по практической части.

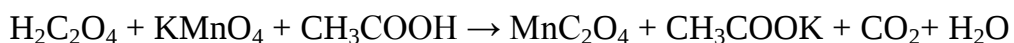
1. С какой целью рекомендуется использовать двойной объем серной кислоты ?
2. Почему фильтрование на одном из этапов синтеза проводится на воронке Шота?
3. * Почему полученное вещество сушат при невысокой температуре?
4. **Обоснуйте целесообразность очистки химическим осаждением.
5. *Почему при очистке химическим осаждением выпадают в осадок гидроксиды железа?

Синтез оксалата марганца(II) дигидрата, MnC₂O₄·2H₂O

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. Электронная структура марганца, степени окисления. Соединения марганца в степенях окисления +2, +4, +6, +7.
2. Электрохимические потенциалы систем на основе марганца. Влияние условий на значения реальных потенциалов систем на основе марганца (анализ по формуле Нернста).
3. Составление уравнений ОВ-реакций ионно-электронным методом и по справочным данным.
4. Устойчивость солей Mn(II). Термическое разложение нитрата, карбоната, оксалата. Гидролиз солей Mn(II), их отношение к кислороду воздуха.

Синтез оксалата марганца(II) основан на восстановлении перманганата калия щавелевой кислотой



Подберите коэффициенты в уравнении ионно-электронным методом не забывая о том, что мало растворимые вещества записывают в молекулярном виде.

Рекомендации по проведению синтеза

- Рекомендуемые массы продукта 1-2 г.
- Используемая щавелевая кислота является дигидратом $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Необходимо учесть это в расчетах.
- Для расчета загрузки реагентов в соответствии с заданием предварительно переведите указанные в методике массы в количества веществ (моль) для определения мольных отношений. Какой из реагентов берётся в избытке?
- Не рекомендуется использовать избыток уксусной кислоты. Если в ходе синтеза появляется бурая окраска реакционной смеси, следует добавить 4-5 капель разбавленной уксусной кислоты.
- Температурный контроль следует вести в течение всего процесса восстановления.

Методика синтеза

В коническую колбу вносят 2,52 г щавелевой кислоты, 20 см³ воды и рассчитанное количество уксусной кислоты, ($C = 2$ моль/дм³). Обычно уксусная кислота берётся в объёме нескольких капель: каждая капля соответствует 0,03 см³. Колбу нагревают на водяной бане, нагретой до 65-70°C.

В небольшом стаканчике готовят раствор 1,1 г перманганата калия в 12-15 см³ воды при нагревании на водяной бане. Добавляют небольшими порциями (Почему?) полученный раствор к горячему раствору щавелевой кислоты. Реакционную смесь всё время энергично перемешивают вращением колбы, не позволяя температуре в бане опускаться ниже 60 °C (Почему?).

Целесообразно добавление перманганата калия вести пипеткой (с грушей), по 10-15 капель. Каждую последующую порцию добавляют после исчезновения окраски реакционной смеси.

Реакция считается законченной, когда после добавления очередной порции перманганата калия, образуется устойчивая, не исчезающая в течение нескольких минут, розовая окраска¹. Осадку дают отстояться, закрыв колбу пробкой или плотным тампоном ваты. Затем жидкость декантируют, добавляют 10-15 см³ воды, взбалтывают и повторяют декантацию. Операцию промывания методом декантации повторяют 2-3 раза.

Белый осадок соли $\text{MnC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ отфильтровывают на «гвоздике», отжимают и высушивают в шкафу при 80-90 °C. Далее определяют выход соли.

¹ Если реакция не проводится до конца, то это явление не происходит. Это не повлияет на дальнейшие действия по методике

Получение пирофорного марганца.

Слово «*пирофорный*» означает «способный загораться» («пирос» – огонь, «форос» – рождать).

Примерно половину полученного и высушенного оксалата марганца помещают в сухую пробирку и нагревают в пламени спиртовки до потемнения соли. При этом не следует перемешивать содержимое пробирки, чтобы предотвратить доступ воздуха к образующемуся марганцу. Тёмно-бурый порошок стряхивают из пробирки с небольшой высоты на лист асбеста. Что наблюдается? Объясните наблюдения. Напишите уравнения реакций разложения оксалата марганца и окисления марганца на воздухе, сопровождающегося возгоранием.

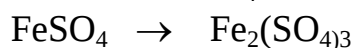
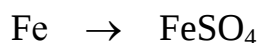
Синтез сульфата железа(III) нонагидрата, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. *Электронная структура атома железа, возможные степени окисления и координационные числа. Восстановительные свойства железа.*
2. *Взаимодействие железа с серной и азотной кислотами различной концентрации.*
3. *Свойства солей Fe(II) и Fe(III) : окислительно-восстановительные свойства, кислотно-основные свойства гидроксидов железа, отношение к гидролизу.*
4. **Как подавить гидролиз соли железа (III) при упаривании его раствора?*
5. **Какой из известных Вам методов химической очистки рационально использовать для отделения примесей от сульфата железа(III).*

Рекомендации по проведению синтеза

- Рекомендуемые массы продукта 5-8 г.
- Исходные вещества: Fe – стружки ($w(\%)(\text{Fe}) = 85\%$); серная кислота ($w(\%) = 20\%$) – приготовить заранее в количестве, вдвое превышающим рассчитанное; азотная кислота, концентрированная, (определить концентрацию).
- При расчёте количества реагентов следует проводить вычисления отдельно для каждой стадии процесса. Составьте уравнения реакций по схемам:



Методика синтеза

Металлическое железо растворяют в полуторном избытке серной кислоты ($w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$) при нагревании компонентов в химическом стаканчике на электрической плитке. Растворение ведут до окончания энергичного выделения водорода. Если наблюдается упаривание раствора, в ходе реакции добавляют 1-2 см³ H_2SO_4 ($w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$).

Обычно операция растворения занимает около часа.

Горячий раствор фильтруют через складчатый фильтр, проверяют реакцию среды ($\text{pH} = 2-3$), в случае необходимости подкисляют. Упаривают раствор с таким расчётом, чтобы массовая доля в растворе составляла примерно 40-50%. Реально – до половины объема (Как это определить?).

К горячему раствору добавляют (*осторожно!*) азотную кислоту, выполняющую роль окислителя; количество HNO_3 рассчитывают по уравнению для схемы: $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$.

Температура реакционной массы должна поддерживаться около 95-100 °С. Через 10-15 минут после добавления окислителя проводят пробу на ионы $\text{Fe}(\text{II})$ с помощью красной кровяной соли, гексацианоферрата(III) калия.

Проведение пробы. Качественную реакцию на присутствие ионов Fe^{2+} проводят капельным методом. Для этого на полоску фильтровальной бумаги наносят каплю реакционной смеси и рядом – каплю раствора красной кровяной соли $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$. В месте соприкосновения капель при отсутствии ионов Fe^{2+} не должно появляться синего окрашивания.

Если реакция не дошла до конца, добавляют 1-2 см³ концентрированной азотной кислоты к горячему раствору и повторяют пробу через несколько минут. Раствор фильтруют (если он мутный), добавляют несколько капель концентрированной H_2SO_4 (осторожно) и упаривают до образования тягучей массы (её температура должна быть 120°C). Массу охлаждают до 50 °С, кристаллы отфильтровывают, сушат при 50-60 °С. Проводят идентификацию продукта качественными реакциями.

Полученный препарат обычно достаточно чистый. В случае необходимости его очищают химическим методом.

Вопросы по практической части.

- 1) С какой целью берется избыток серной кислоты?
- 2) Обоснуйте прибавление концентрированной серной кислоты на стадии выделения вещества из раствора.
- 3) Почему сушка полученного продукта проводится при 50-60 °С?

Синтез иодида калия, KI

Иодид калия – прозрачные или матовые кубические кристаллы, хорошо растворимые в воде $K_S = 56\text{г}$ (при $20\text{ }^\circ\text{C}$) с поглощением тепла. Водный раствор на свету постепенно желтеет, вследствие выделения свободного йода. Соль растворима в этаноле, ацетоне и несколько хуже в пиридине.

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

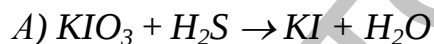
1. *Характеристика химического элемента иода: электронная структура, степени окисления в соединениях; физические и химические свойства вещества иода.*

2. *Электрохимические потенциалы систем на основе иода: окисленные и восстановленные формы иода. Диспропорционирование иода в щелочной среде.*

3. **Составление уравнений ОВ-реакций с участием иода ионно-электронным методом и по справочным данным. Решение задач типа: «Какая реакция пойдёт при смешивании иода с солью кобальта(III) в условиях, близких к стандартным?».*

4. *Взаимодействие иода с металлами. Практические методы иодирования.*

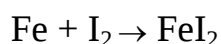
5. ***Иодид калия часто получают, растворяя иод в щелочи и затем восстанавливая иодат восстановителем по одному из способов:*



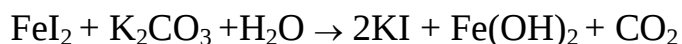
Подберите коэффициенты в этих уравнениях. По справочным данным оцените ЭДС этих реакций. Доходят ли они до конца?

Рекомендации по проведению синтеза

- Рекомендуемые массы 0,8-1,23 г.
- Синтез иодида калия в данном методе основан на «косвенном» йодировании. Сначала иодируют железо:



Затем иодид железа разлагают карбонатом калия:



Чтобы освободиться от соединений железа, их переводят в гидроксид железа(III). Как это достигается? Почему такой подход даёт наилучшие результаты? Составьте уравнение реакции схемы: $\text{Fe(OH)}_2 \rightarrow \text{Fe(OH)}_3$.

- Расчёт загрузки следует вести по суммарному уравнению (стадии 1+2).
- Массовая доля железа в чугунных стружках 80-90%.
- Качественную реакцию на присутствие ионов железа (II) проводят капельным методом. Для этого на полоску фильтровальной бумаги наносят каплю реакционной смеси и рядом – каплю раствора красной кровяной соли $K_3[Fe(CN)_6]$. В месте соприкосновения капель при отсутствии ионов $Fe(II)$ не должно появляться синего окрашивания.
- На стадии превращения $Fe(OH)_2$ в $Fe(OH)_3$ рекомендуется поставить на плитку стаканчик с 10 мл дистиллированной воды для промывания осадка.
- Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при взвешивании и растирании иода?

Методика синтеза

В коническую колбу объёмом 250 см^3 помещают 3,5 г чугунных стружек, 35 см^3 воды и порциями при перемешивании (от руки) добавляют 8,5 г растёртого в порошок иода. *Внимание!* В колбе не должны появляться фиолетовые пары иода. В противном случае колбу охлаждают в кристаллизаторе с холодной водой. Реакция идёт с разогреванием, но для завершения процесса смесь необходимо подогреть на асбестовой сетке.

Когда жидкость в колбе приобретёт зеленовато-жёлтый цвет, её сливают с избытка железа в фарфоровую чашку, обмывают колбу двумя порциями по 3 см^3 воды и переносят промывные воды в ту же чашку. Содержимое чашки нагревают до кипения и вливают в неё раствор карбоната калия (5 г в 20 см^3 воды). Загустевшую смесь продолжают нагревать на сетке до тех пор, пока проба на ион Fe^{2+} не станет отрицательной. Реакция среды должна быть щелочной (*проба!*). *При сильном загустевании смеси необходимо добавить 2-3 см³ воды, чтобы можно было провести фильтрацию*

Смесь фильтруют через воронку Бюхнера, промывают осадок гидроксида железа(III) двумя-тремя порциями горячей воды по 3 см^3 и фильтрат упаривают до появления кристаллической плёнки. Осадок отфильтровывают на «гвоздике», промывают 5-7 каплями ледяной воды, тщательно отжимают и высушивают между листами бумаги, а затем на воздухе. Определяют выход чистого йодида калия.

Фильтрат повторно упаривают в маленькой фарфоровой чашке, получая более загрязнённый препарат (его сдают отдельно от первой порции).

Объём фильтрата после отделения осадка замеряют для расчёта потерь вещества в растворе. Определяют общий выход соли. Проводят идентификацию продукта качественными реакциями.

Загрязнённую порцию иодида калия кристаллизуют из этанола. Предложите методику перекристаллизации, учитывая, что K_S в спирте = 14 г (при 20 °С), а при 70 °С растворимость KI увеличивается в 4 раза.

Вопросы по практической части.

1. О чем говорит желтовато-зеленый цвет реакционной массы после взаимодействия железа и иода?
2. С какой целью и как проводится проба на ионы железа Fe^{2+} ?
3. Как проводится качественный анализ на катион калия?
4. *Почему железо берется в избытке?
5. *Для чего промывают осадок гидроксида железа(III)?

3.3. ПОЛУЧЕНИЕ ГАЗОВ. СИНТЕЗЫ С УЧАСТИЕМ ГАЗОВ

Цель: научиться получать, собирать и работать в атмосфере газов (на примере водорода, хлора и углекислого газа).

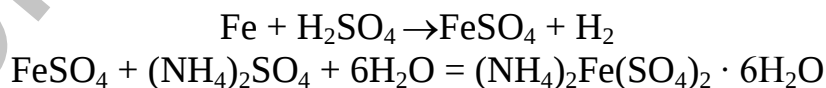
Эти вопросы входят в содержание экзаменационных билетов, поэтому необходимо ознакомиться со всеми синтезами с участием газов.

Работы выполняются по группам из 2-3 человек. Каждая группа выполняет и оформляет один синтез. Кроме этого в журнале у всех студентов должны быть представлены:

- 1) порядок зарядки и демонтажа аппарата Киппа;
- 2) рисунки с объяснениями для линии очистки водорода, получения хлора, упаривания в атмосфере углекислого газа, сушки в атмосфере углекислого газа.

Синтез соли Мора, гексагидрата сульфата аммония - железа(II), $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Соль Мора – прозрачные синевато-зелёные кристаллы моноклинной системы. В отличие от простых солей железа(II), соль устойчива при хранении в сухом виде. При 100 °С теряет кристаллизационную воду. Синтез осуществляется в две стадии:



Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. Характеристика железа и его соединений.
2. Электрохимический потенциал Fe^{3+}/Fe^{2+} , окислительно-восстановительные реакции с участием этой системы.
3. Двойные соли, их растворимость, сравнение с комплексными соединениями.
4. Работа в атмосфере инертных газов. Очистка газов.

Рекомендации по проведению синтеза

- Рекомендуемые массы продукта 6-9 г.
- *Расчёт загрузки.* Получив у преподавателя задание на синтез определенного количества соли Мора, рассчитывают навеску железных опилок и количество 20% серной кислоты. Раствор кислоты готовят с запасом из концентрированной H_2SO_4 , измеряют её плотность, уточнив по справочнику концентрацию кислоты, определяют объём её раствора, требуемый для синтеза.

Навеску железа берут из расчёта:

- железные стружки содержат 70% чистого железа;
- железо должно быть взято 10% в избытке по отношению к серной кислоте, т. к. его избыток препятствует окислению соли железа(II) в соль железа (III) в водном растворе под действием кислорода воздуха;
- навеску сульфата аммония берут в количестве, рассчитанном по уравнению реакции.

Методика синтеза

I стадия: в стакане на 100 мл растворяют измельчённые железные опилки в 20%-й H_2SO_4 , подогревая реакционную массу на водяной бане до температуры не выше 60 °С. Когда выделение водорода практически прекратится, реакционную массу фильтруют через химическую воронку в колбу Вюрца, и подкисляют 20%-й H_2SO_4 до кислой реакции по конго красному. Реакционную смесь упаривают наполовину, пропуская через раствор слабый ток углекислого газа, свободного от кислорода. Нагревание колбы Вюрца проводят на водяной бане или на асбестовой сетке (Рисунок 2).

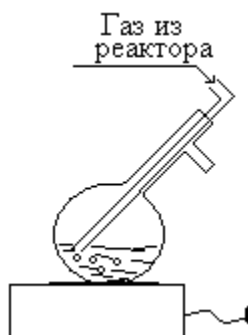


Рисунок 2 – Упаривание в атмосфере углекислого газа

II стадия: упаренный наполовину горячий раствор сульфата железа(II) приливают к горячему насыщенному раствору сульфата аммония. Температура растворов поддерживается около 70 °С. К смеси добавляют 1-2 см³ 20%-ю H_2SO_4 . Полученную смесь выливают в фарфоровую чашку, накрывают листом фильтровальной бумаги и

оставляют на 2-3 дня для медленной кристаллизации. Полезно после охлаждения внести в раствор «затравку».

После кристаллизации жидкость сливают, измеряя её объём, кристаллы промывают двумя порциями спирта по 3-4 см³ (Почему?) и сушат между листами фильтровальной бумаги.

Определяют выход соли по отношению к теоретическому (заданному) количеству.

Проводят качественные реакции для установления состава соли Мора.

Вопросы по практической части работы

1. *Почему для синтеза сульфата железа(II) следует брать избыток железа?

2. *Какова роль CO₂, применяемого при упаривании раствора сульфата железа (II)?

3. *Почему применяемый в работе диоксид углерода следует очистить от примеси кислорода?

4. **Почему упаривание раствора сульфата железа(II) нужно проводить в кислом растворе? Как можно ускорить упаривание смеси?

5. Как определить объём воды, необходимой для растворения навески (NH₄)₂SO₄.

6. **Учитывая данные по растворимости соли Мора, объясните условия её кристаллизации, используемые в синтезе.

Синтез хлората калия, KClO₃ (бертолетовой соли)

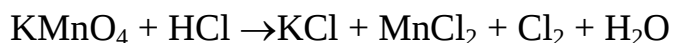
Рекомендации к синтезу.

■ Расчет синтеза и массовой доли выхода продукта осуществлять по приведенным в методике синтеза количественным данным.

■ В основе данного синтеза лежит окислительно-восстановительное диспропорционирование. При взаимодействии свободного хлора с горячим раствором щёлочи или поташа идёт одновременное восстановление хлора до ионов Cl⁻ и окисления его до хлорат-ионов ClO₃⁻ по схемам:



В свою очередь, свободный хлор получают окислением хлороводородной кислоты сильным окислителем: перманганатом калия или диоксидом марганца по схеме:



Подберите коэффициенты в приведенных схемах ионно-электронным методом

Методика синтеза

1. Получение хлора. В колбу Вюрца (Рисунок 3) насыпают небольшое количество перманганата калия и такое количество воды, чтобы слой соли был слегка покрыт водой. Эта мера предосторожности применяется потому, что в первый момент взаимодействие KMnO_4 с HCl может пойти бурно, возможно даже вскипание смеси.

В капельную воронку помещают концентрированный раствор HCl и по каплям добавляют ее в колбу Вюрца. Выделяющийся хлор пропускают вначале через воду, поглощающую HCl и другие примеси.

Высушивание газа в данном случае необязательно, т. к. реакционная смесь является водным раствором. Затем газ поступает в предохранительную пустую склянку, используемую на случай переброса реакционной массы.

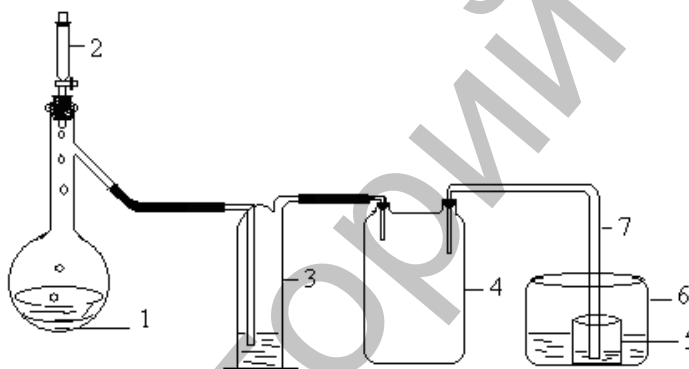


Рисунок 3– Прибор для получения хлора

1 – колба с перманганатом калия, 2 – капельная воронка с хлороводородной кислотой, 3 – промывная склянка с водой, 4 – предохранительная склянка, 5 – стакан-реактор, 6 – стакан-водяная баня, 7 – газоотводная трубка.

Последний возможен, если ток газа ослабеет, т.к. возникнет пониженное давление. Чтобы этого не случилось, при уменьшении скорости пробулькивания пузырьков газа следует подогреть колбу Вюрца на горелке через асбестовую сетку. После предохранительной склянки хлор поступает в поглотительную смесь, в качестве таковой можно использовать воду или слабый раствор щелочи.

Когда вся система будет заполнена хлором, что заметно по цвету сосудов на белом фоне, газоотводную трубку опускают в реакционную смесь.*

Примечание. Для уменьшения поступления большого количества хлора (вследствие необходимости заполнения всех емкостей линии очистки) можно ограничиться пропуском его сразу в реакционную массу. В таком случае следует добиваться постоянного поступления хлора в сосуд с реакционной массой с такой скоростью, чтобы весь хлор оставался в реакционной среде. Однако в таком случае содержание хлора в сосуде неизбежно, поэтому промывание продукта следует вести под тягой.

II. Получение хлората калия. В химический стакан емкостью 30 мл наливают 10 мл насыщенного (50%-го раствора) KOH, нагретого предварительно почти до кипения. Этот стаканчик помещают в другой стакан (Рисунок 3) с водой, которая должна слабо кипеть (на электроплитке). Ток хлора пропускают в течение 7-10 минут. Необходимо следить за тем, чтобы *трубка не забивалась* выпадающими кристаллами. Если это произойдет, то подходящей тонкой стеклянной палочкой следует очистить просвет трубки от кристаллов.

Конец реакции можно определить по индикаторной бумаге: реакция среды должна быть нейтральной или слабощелочной (Почему?). По окончании процесса газоотводную трубку изымают из реакционной смеси, обмывая ее несколькими каплями воды из пипетки, прекращают получение хлора и опускают трубку в поглотительную склянку, следя за тем, чтобы *не было переброса жидкости* (для этого трубку время от времени вынимают из жидкости).

Реакционную массу охлаждают на ледяной бане, отфильтровывают в вакууме, промывают 2 раза небольшими порциями ледяной воды (по 2 см³) и высушивают сначала между листами фильтровальной бумаги, затем на воздухе, взвешивают и определяют выход в процентах к теоретическому. Расчет теоретического выхода ведут по щелочи, предварительно высчитав ее содержание в 10 см³ 50%-го раствора (с учетом плотности).

3. Идентификация и исследование свойств полученного продукта.

К нескольким кристалликам хлората калия прибавить 1-2 капли концентрированной H₂SO₄. Что наблюдается? Повторить опыт с концентрированной HCl.

Полученный хлорат калия можно очистить перекристаллизацией из воды. Для этого растворяют 10 г препарата в 30 см³ кипящей воды, раствор фильтруют через нагретый фильтр и охлаждают.

Кристаллы отфильтровывают, промывают и сушат при температуре не выше 40 °C.

Рекомендации к обезвреживанию отходов эксперимента.

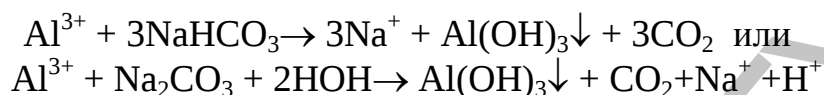
Колбу с перманганатом калия залить под тягой доверху смесью раствора сульфита натрия и соды. Этим же раствором промыть поглотительные и предохранительные склянки.

Синтез карбонатов цинка, марганца, кобальта, никеля

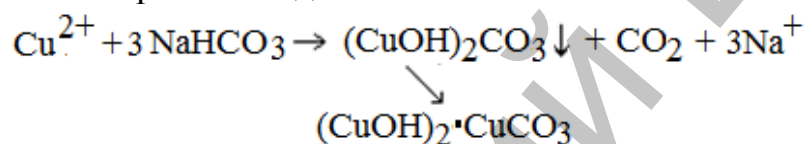
Карбонаты тяжелых металлов находят широкое применение в неорганическом синтезе в качестве промежуточных продуктов для получения оксидов металлов, оксидов, солей слабых кислот, комплексных соединений.

Особенность карбонатов является легкость их гидролиза, степень которого зависит от характера катиона; чем слабее и менее растворимо

отвечающее катиону основание, тем выше степень гидролиза. В случае карбонатов тяжелых металлов гидролиз является причиной загрязнения их основными солями, например $(\text{MeOH})_2\text{CO}_3$. Карбонаты ряда металлов, например, Al(III) , Fe(III) , невозможно получить в водной среде, т.к. их гидролиз протекает до конца вследствие очень малой растворимости соответствующих оснований.



Для ряда металлов попытки получения их карбонатов обменной реакцией с карбонатами щелочных металлов приводят к образованию осадков основных солей: (гидролиз необратим), в данном случае получается основной карбонат меди:



Если гидролиз карбонатов обратим, для его подавления используется ряд приёмов:

- насыщение реакционной смеси диоксидом углерода;
- промывание осадка карбонатов водным раствором диоксида углерода;
- высушивание карбонатов в атмосфере углекислого газа;
- промывание осадков карбонатов спиртом;

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. Свойства карбонатов: растворимость в воде, отношение к гидролизу.
2. Термическая устойчивость, отношение к кислотам.
3. ****Почему в водных растворах, насыщенных CO_2 , подавляется гидролиз карбонатов? Объясните, рассмотрев равновесие гидролиза MeCO_3 (по первому этапу).**
4. ***Можно ли получить карбонат олова(II) обменом**

$$\text{SnCl}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow ?$$

Какие справочные данные помогут ответить на этот вопрос?

5. ****Как изменяется термическая устойчивость карбонатов в зависимости от природы катионов?**
6. Методы получения и очистки углекислого газа, его растворимость в воде. Свойства угольной кислоты, константы диссоциации.

Синтез карбоната марганца(II), MnCO_3

MnCO_3 – белый пушистый порошок, плохо растворим в воде, $\text{PP} = 1,8 \cdot 10^{-11}$. Сухой препарат устойчив на воздухе, влажный – легко окисляется и темнеет вследствие образования Mn_2O_3 . При кипячении с водой гидролизует полностью.

Рекомендации к синтезу.

- Рекомендуемые массы продукта – 1-2 г
- Для получения карбоната не следует использовать сульфат марганца(II), т.к. при этом образуется основной карбонат $\text{MnCO}_3 \cdot 6\text{Mn}(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- Уравнение реакции:



Методика синтеза

Готовят раствор соли марганца(II) $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ с массовой долей хлорида марганца(II) 0,1. Количество соли рассчитывают по заданию на получение определённого количества конечного вещества. Если раствор соли получился мутный, его фильтруют. В ходе приготовления исходных растворов целесообразно подготовить 100 см^3 воды, насыщенной диоксидом углерода. Нагретый до 40 °С раствор соли марганца(II) вливают тонкой струйкой в 10%-ный раствор гидрокарбоната натрия, взятого в эквивалентном количестве.

Реакцию проводят в склянке Дрекселя или в промывной склянке. Смесь перемешивают, насыщают углекислым газом из аппарата Киппа в течение 5 минут и плотно закрывают колбу пробкой. После отстаивания осадка жидкость декантируют и осадок заливают водой, насыщенной углекислым газом.

Колбу снова закрывают пробкой, тщательно перемешивают, дают отстояться и повторно декантируют. Затем снова заливают холодной водой, насыщенной CO_2 и отфильтровывают осадок на воронке Бюхнера. Промывают 5-7 см^3 этилового спирта. Сушат в токе CO_2 при 70-80 °С, помещая вещество в лодочке в газоотводную трубку, закрепленную над небольшой плиткой (Рисунок 4).

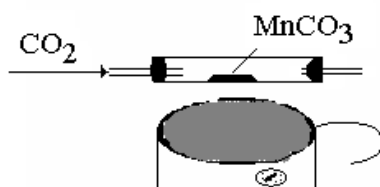


Рисунок 4 – Схема прибора для сушки в атмосфере углекислого газа

Определяют выход соли.

Определение чистоты полученного продукта.

Полученный препарат следует испытать на наличие примесей соединений марганца в более высоких степенях окисления.

Для этого примерно 0,2-0,3 г соли суспензируют в воде, добавляют 0,1 г KI, 4-5 капель 1% раствора крахмала и 5 мл раствора HCl. В каком случае можно говорить об отсутствии примесей?

Синтез карбоната цинка, ZnCO_3

ZnCO_3 – белый порошок, плохо растворим в воде, при нагревании с водой переходит в основную соль переменного состава. С целью подавления гидролиза соль получают при пониженной температуре.

Методика синтеза

Готовят раствор 2,2 г соли $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в 70 см³ воды, охлажденной до 3 °С. В склянке Дрекселя (или промывной склянке) готовят 35 см³ насыщенного раствора гидрокарбоната калия при температуре не выше 5 °С. В раствор в течение 10 минут пропускают диоксид углерода, освобожденный от хлороводорода. К раствору гидрокарбоната калия приливают при помешивании раствор соли цинка. В реакционную смесь пропускают диоксид углерода в течение 10 минут, закрывают склянку Дрекселя пробкой и выдерживают на ледяной бане 15-20 минут. Отфильтровывают выпавший аморфный осадок карбоната цинка, промывают его холодной водой насыщенной CO_2 , до полного удаления сульфат иона. Осадок высушивают при 30-50 °С.

Примечание. Аморфный осадок карбоната цинка можно превратить в кристаллический, если выдержать реакционную смесь сначала в холодильнике в течение 2-х дней, затем – при комнатной температуре.

Синтез карбоната кобальта(II), CoCO_3

CoCO_3 – красновато-розовый порошок, постепенно при хранении переходящий в кристаллическое состояние. ПР (CoCO_3) = $8 \cdot 10^{-13}$.

Карбонат кобальта свободный от примесей основных солей следует получать из нитрата кобальта $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Готовят насыщенный раствор нитрата кобальта(II) (навеска рассчитывается по заданию – до 3 г) при комнатной температуре. В склянке Дрекселя (или промывной склянке) готовят насыщенный раствор гидрокарбоната натрия взятого в количестве в 1,5 раза превышающий рассчитанное по уравнению. Раствор насыщают диоксидом углерода в течение 10-15 минут, охлаждая сосуд на водно-ледовой бане.

К раствору гидрокарбоната быстро приливают раствор соли кобальта, плотно закрывают склянку Дрекселя пробкой и перемешивают ее содержимое встряхиванием, реакционная смесь должна находиться под давлением диоксида углерода. Выдерживают смесь на холодной бане 10-15 минут. Приготавливают воду насыщенную углекислым газом для промывания осадка. Осадок декантируют, заливают холодным раствором диоксида углерода и повторяют декантацию дважды, после чего отфильтровывают осадок, промывают его на фильтре спиртом, высушивают при 30-40 °С.

Синтез карбоната никеля(II) NiCO_3

NiCO_3 – желтовато-зеленый порошок, плохо растворим в воде и спирте. $\text{PR}(\text{NiCO}_3) = 1,3 \cdot 10^{-7}$ Получают обменной реакцией с раствором гидрокарбонатом натрия, взятым в 1,5-1,8 кратном избытке из нитрата или хлорида никеля (II), (но не из сульфата). Методика аналогична выше приведенной для карбоната кобальта(II).

Получение металлов восстановлением оксидов водородом

Вопросы для теоретического обоснования синтеза.

1. Методы получения и очистки водорода.
2. Оксиды металлов и их свойства.
3. Расчет термодинамических характеристик для проводимой реакции. Обратимость процесса. Роль температуры.
4. *Возможности и ограничения метода получения металлов восстановлением водорода.
5. *Почему при умеренных температурах получают пиррофорные металлы?
6. Характеристика полученного в синтезе металла по физическим и химическим свойствам.

Основные этапы работы

1-й этап. Сборка прибора.

1.1. Подготовка аппарата Киппа к работе.

Жменю гранулированного цинка в фарфоровой чашке заливают слабо голубым раствором сульфата меди (II). Через полминуты сливают раствор и хорошо промывают цинк без оксидной оболочки. Через тубус в средней части прибора вводят активированный цинк. Затем, закрыв тубус пробкой с газоотводной трубкой, при открытом положении крана на этой трубке заливают 20 – 30%-ный раствор серной кислоты на 1 см выше уровня цинка. Закрыв кран, проверяют, как быстро уходит жидкость из среднего шара. Если медленно, следует качественнее обеспечить герметичность, поджав пробки или замазав щели, например, пластилином.

1.2. Подготовка системы очистки.

В первую промывную склянку наливают не более чем 1/4 часть щелочной раствор перманганата калия. Во вторую – концентрированную серную кислоту. Наконец помещают колонку или U-образную трубку, заполненную кристаллическим хлоридом кальция, смешанного с битым фарфором или стеклом. Соединяют все сосуды резиновыми шлангами.

Объясните назначение каждой из указанных выше составных частей.

1.3. Сборка прибора. Систему очистки подсоединяют с помощью газоотводной трубки к реакционной кварцевой (или термостойкой) трубке, помещенной в трубчатую электропечь. В свободное отверстие трубки помещают лодочку с навеской оксида металла ($\approx 0,5\text{г}$), закрывают отверстие газоотводной трубкой, к которой подсоединена трубка для сбора газа «над водой». Проверяют герметичность прибора, погружая не глубоко трубку с газом в кристаллизатор с водой и пропускают водород из аппарата Киппа. Если проба на чистоту водорода положительна, пропускают некоторое время водород для вытеснения из системы кислорода, а также проверяют более строго герметичность. Проверку водорода на чистоту ведут до отрицательной пробы (Рисунок 5).

После окончательной сборки прибора получить разрешение преподавателя на проведенени дальнейший работы.

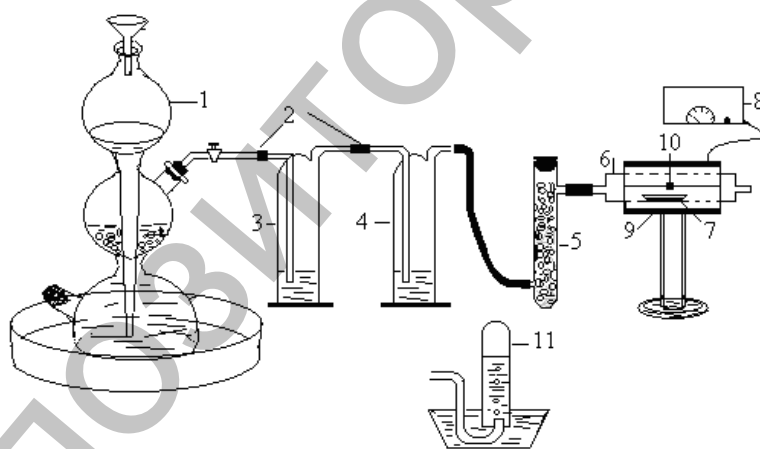


Рисунок 5 – Схема получения и очистки водорода:

1 – аппарат Киппа, 2 – соединительные провода, 3, 4 – промывные склянки, 5 – Осушительная колонка с твердым осушителем, 6 – термостойкая трубка, 7 – лодочка с веществом, 8 – лабораторный автотрансформатор (ЛАТР), 9 – трубчатая печь, 10 – ручка-изолятор трубчатой печи, 11 – оборудование для проверки водорода «на чистоту»

2-й этап – проведение синтеза.

После доказательства чистоты выходящего из прибора водорода включают электропечь через ЛАТР (лабораторный автотрансформатор) в сеть. Положение ручки трансформатора не должно выходить за предел необходимой температуры (если трансформатор не отрегулирован

визуально температуру определяют по приглушенному коричнево-красному калению спирали в трубчатой печи). Пропускают ток водорода в течение, примерно, 10-15 минут.

Во время работы необходимо следить за умеренным выделением пузырьков в промывных склянках. На выходе из термостойкой трубки будут видны пары воды, прекращение их выделения может служить окончанием процесса. При прекращении выделения пузырьков немедленно отключить аппарат Киппа и устранить причины нарушения процесса.

Внимание! Ни в коем случае нельзя оставлять без присмотра работающий прибор.

3-й этап. Окончание работы, разборка прибора. Обезвреживание отходов эксперимента.

Отключают нагрев и охлаждают прибор в токе водорода в течение 5-7 минут. Лодочку с веществом изымают из термостойкой трубки, извлекают металл и взвешивают его. Определяют массовую долю выхода (или полноту восстановления). Осушитель из колонки переносят в склянку для его хранения, колонку моют и сушат. Поглотители из промывных склянок сливают для хранения, склянки моют содовым раствором. Серную кислоту можно оставить для хранения в промывной склянке, изолировав от воздуха зажимом или замыканием резинового шланга «на себе».

Таблица 8 – Оптимальная температура для восстановления оксидов

Оксид	Температура °С	Оксид	Температура °С
CuO	250–300°	PbO	350-400°
Sb ₂ O ₅	Сначала 350° – 5 минут, потом 500°	Bi ₂ O ₃	240-270°
NiO	400-450 (при более низкой получается пиррофорный никель)	Co ₂ O ₃ (или CoO)	400-500° (при 300 получается пиррофорный кобальт)

Вопросы для защиты практической части.

1. * Почему прибор после окончания реакции следует охладить в токе водорода.
2. **Почему для очистки водорода используется щелочной, а не водный и не кислотный раствор перманганата калия?
3. Объясните назначение каждой части системы очистки водорода.
4. Какова цель проверки водорода «на чистоту» в данной работе

3.4. СИНТЕЗ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ДВОЙНЫХ СОЛЕЙ

Комплексные соединения никеля(II) и меди(II)

Вопросы для самоподготовки.

1. Классификация комплексных соединений.
2. *Факторы, влияющие на координационное число.
3. *Устойчивость комплексных соединений
4. Методы получения гидроксокомплексов, аммиакатов, ацидокомплексов.
5. Комплексы на основе меди(II) их получение, сведения об устойчивости.
6. Комплексные соединения никеля(II). Карбонилы никеля.

А) Получение нитрата гексааминникеля(II), $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2$

1. Исходными реагентами являются кристаллогидрат $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и 25%-ный водный раствор аммиака.
2. Синтез проводят по схеме:
$$[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 6\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Ni}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$
3. Рекомендуемые массы продукта 2-3 г.

Методика синтеза

Навеску кристаллогидрата нитрата никеля вносят в химический стакан емкость 50 или 100 см³ в зависимости от навески соли и (под тягой) приливают 25%-ный раствор аммиака из расчета 15 см³ на 5 г соли. Стеклопалочкой, на нижний конец которой надет кусочек резиновой трубки, перемешивают содержимое стакана до полного растворения соли. Для выделения нитрата гексааминникеля(II) в виде кристаллов к раствору добавляют 10 см³ этилового спирта.

Стакан переносят в кристаллизатор со льдом или снегом и охлаждают 20-30 минут. Затем содержимое стакана взбалтывают и быстро переливают в воронку Бюхнера. Оставшиеся на стенках и дне стакана кристаллы счищают стеклопалочкой и переносят их на воронку. Раствор фильтруют под вакуумом. Кристаллы на фильтре промывают этиловым спиртом объемом 10 мл. Промывание ведут следующим образом: отсоединяют колбу Бунзена от водоструйного насоса, выливают на фильтр с осадком примерно половину спирта, предназначенного для промывания, так, чтобы спирт равномерно разлился по всей поверхности осадка и пропитал его. Колбу Бунзена снова подсоединяют к водоструйному насосу и отсасывают спирт. Промывание повторяют, используя оставшийся спирт. Осадок высушивают между листами фильтровальной бумаги, а затем на воздухе. Определяют выход.

С небольшим количеством вещества проводят пробу. Немного вещества (на кончике шпателя) растворяют в 1-2 см³ воды и добавляют равный объем раствора щелочи.

Сопоставляют отношение к щелочи исходной соли металла $\text{Me}(\text{NO}_3)_2$ или MeSO_4 . Приводят объяснение.

Вопросы по экспериментальной части работы

1. *Рассчитайте количество аммиака (моль), используемого для синтеза. Имеется ли избыток? Какую роль играет аммиак при получении комплекса?

2. Почему в реакционную массу добавляется этиловый спирт?

3. Можно ли промыть осадок комплекса водой?

4. *Можно ли высушивать комплексы в хорошо нагретом сушильном шкафу. Проверьте свой ответ, поставив небольшую пробу в сушильный шкаф.

Б) Получение хлорида гексааминникеля(II)

Синтез проводят аналогично описанному в разделе «А», взяв в качестве исходной соли $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и водный 25%-ный раствор аммиака из расчета 15 см³ на 4-5 г соли.

В) Получение сульфата тетрааминмеди(II)

Синтез проводят аналогично описанному в разделе «А». В качестве исходной соли берется пентагидрат сульфата меди (II), а количество раствора с массовой долей аммиака 0,25 вычисляется из расчета 5 см³ его на каждые 2 г соли.

Синтез двойных солей

Синтез хромокалиевых квасцов $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (калия хрома сульфат додекагидрат)

Данная работа использует два типа реакций, обычно применяемых в неорганическом синтезе: окислительно-восстановительные и реакции присоединения.

При подготовке к синтезу необходимо повторить следующие вопросы.

1. Окислительно-восстановительные реакции, их количественная характеристика

2. Двойные соли – соединения с единой кристаллической решеткой

3. Кристаллогидраты. Гидратация катионов и анионов. Устойчивость кристаллогидратов.

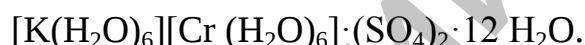
Хромовые квасцы, подобно другим аналогам (алюмокалиевым, железо-аммонийным и др.) находят широкое применение в качестве дубителей в кожевенной промышленности, протравы при крашении и печатании рисунка на ткани как компоненты дубящих растворов в фотографии. Найдите в литературе данные о физических свойствах хромокалиевых квасцов.

В основе метода получения хромокалиевых квасцов лежит реакция восстановления бихромата калия в кислой среде. В качестве восстановителей используются спирты: этиловый, пропиловый, изопропиловый.



Составьте схему электронно-ионного баланса для этой реакции, расставьте коэффициенты. Образовавшиеся сульфаты калия и хрома(III) при совместной кристаллизации из водного раствора образуют хромокалиевые квасцы $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$.

Более точная формула может быть записана так:



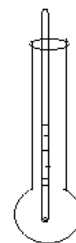
Спирт в данной реакции выполняет двойную роль: 1) восстанавливает хром в степени окисления +6 до +3; 2) понижает растворимость квасцов, «высаливает» их из водного раствора. Поэтому для синтеза берется избыток спирта (подсчитайте, какой именно).

Внимание! 1. Следует тщательно контролировать температуру реакционной смеси, особенно в процессе добавления спирта. Ни в коем случае не допускать повышения температуры выше 40°C, так как при этом вместо комплексного иона $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ образуется сульфат хрома $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ и выход квасцов понижается

2. Нельзя охлаждать реакционную смесь ниже 15 °С, так как при низкой температуре падает скорость реакции восстановления хрома.

Методика получения.

В колбе на 100 см³ с высоким горлом (Рисунок 6) растворяют 2 г дихромата калия в 20 см³ дистиллированной воды и к раствору добавляют 2-3 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают вручную и охлаждают проточной водопроводной водой. Для контроля за температурой смеси в колбу должен быть опущен термометр в течение всего процесса синтеза.



**Рисунок 6 –
реакционный сосуд для
проведения реакции**

Когда температура реакционной смеси упадет до 20-25°C, начинают добавление этилового спирта порциями по 0,5-1 см³, тщательно

перемешивая и охлаждая колбу проточной водой. Каждую следующую порцию добавляют после того как температура перестанет повышаться. Наилучшие результаты получаются при поддержании в колбе режима 25-30°C. Добавив весь спирт (общий объем 6 см³), реакционную массу перемешивают 10 минут, без охлаждения, а затем помещают колбу в водно-ледовую баню на 30-40 минут.

Выпавший* фиолетовый осадок квасцов отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают 5 см³ 50%-ного этилового спирта. Для успешной промывки нужно отсоединить колбу Бунзена от водоструйного насоса, залить 2,5 см³ разбавленного спирта, так, чтобы образовалась густая кашица на фильтре, и после этого присоединяют насос. Операцию промывки повторяют дважды.

Осадок высушивают на листе фильтровальной бумаги, взвешивают и определяют массовую долю выхода.

*Примечание. Если осадок выпадает плохо, можно внести в реакционную массу затравку, несколько кристалликов чистых хромокалиевых квасцов.

4. МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ К ЗАЧЕТНОМУ СИНТЕЗУ

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ТЕМАТИКА ЗАЧЕТНЫХ СИНТЕЗОВ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

- 1.** Получение препаратов из отходов химического эксперимента в школе.
 - 1.1. Получение нитрата серебра (I) из галогенидов серебра (I).
 - 1.2. Переработка кристаллических марганцевых отходов (после получения кислорода).
 - 1.3. Переработка отходов марганцевых растворов (после получения хлора).
 - 1.4. Переработка отходов эксперимента с соединениями хрома.
- 2.** Использование бытовых и промышленных отходов для обеспечения химического эксперимента в школе
 - 2.1. Переработка нихромовой проволоки для получения химических реактивов.
 - 2.2. Переработка жестяных отходов для получения химических реактивов.
 - 2.3. Переработка алюминиевых бытовых отходов для получения химических реактивов.
 - 2.4. Переработка медных бытовых отходов для получения химических реактивов.
- 3.** Составление экспериментальных заданий для химических олимпиад.
- 4.** Синтезы веществ микрометодом.
- 5.** Синтезы веществ на основе веществ хозяйственно-строительного назначения.
 - 5.1. Получение силикагеля из силикатного клея.
 - 5.2. Получение гептагидрата сульфата магния из доломита

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ СИНТЕЗА

1. Подготовка к проведению зачетного синтеза

1.1. Найти в литературных источниках способы получения данного вещества. Обосновать лучший способ.

1.2. Изучить методические рекомендации к конкретному зачетному синтезу.

1.2 Составить и обсудить с преподавателем пропись синтеза и расчеты.

1.3 Найти в справочной литературе физико-химические характеристик исходных и конечных веществ, дать краткую характеристику их химических свойств.

1.4 Проверить свойства исходных веществ и вспомогательных соединений (плотность жидких реагентов и растворов, растворимость твёрдых веществ и т.д.).

1.5 Составить список необходимого оборудования реагентов, представить список лаборанту за неделю до занятия.

1.6 Составить план работы

2. Проведение синтеза.

2.1. До занятия получить оборудование, посуду, реактивы.

2.2. Осуществить синтез целевого продукта, очистить, высушить, идентифицировать, определить выход вещества, приложить полученное вещество к оформленному буклету.

3. Оформление зачетного синтеза.

3.1. Цель работы.

3.2. Методы получения веществ данного класса.

3.3. Найденные в литературных источниках методики (прописи) получения данного вещества.

3.4. Описание хода рассуждения при составлении прописи получения вещества.

3.5. Теоретические основы синтеза (термодинамика, ОВР, гидролиз и др.)

3.6. Техника безопасности.

а) Правила безопасности при работе с реактивами.

б) Правила безопасности при работе с оборудованием.

в) Утилизация отходов.

3.7. Расчеты материального баланса

3.8. Оформление хода работы согласно разделам таблицы 4.

3.9. Перечень приемов и методов лабораторной работы.

3.10. Какой эксперимент с полученным веществом можно выполнить в учебно-воспитательном процессе школы.

3.11. Рефлексия (чему научились, какие лабораторные методы и приемы работы отработали, какие – впервые выполняли; что понравилось, предложения по совершенствованию выполнения зачетного синтеза)

ПОЛУЧЕНИЕ ПРЕПАРАТОВ ИЗ ОТХОДОВ ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА В ШКОЛЕ

Методические рекомендации по теме: переработка *марганцевых остатков*

Цель синтезировать сульфат марганца(II) тетрагидрат из марганцевых остатков после получения кислорода по схеме:



I. Подготовка к синтезу.

1. Провести теоретический анализ синтеза, подобрать реактивы:

а) для перевода марганца в остатках в Mn^{+2} ;

б) для получения карбоната и сульфата марганца (II)/

2. Составить пропись синтеза.

Провести синтез практически.

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ БЫТОВЫХ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ОТХОДОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА В ШКОЛЕ

Методические рекомендации по теме: переработка *алюминиевых отходов*

Цель: синтезировать сульфат алюминия октадекагидрата из алюминиевой фольги по схеме: $\text{Al} \rightarrow \text{AlCl}_3 \rightarrow \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \rightarrow \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$.

1. Подготовка к синтезу.

1.1. Провести теоретический анализ синтеза

1.2. Экспериментально при минимальных количествах определить, в какой кислоте – соляной или разбавленной серной – лучше растворяется алюминиевая фольга. как влияет на растворение температура?

1.3. Учтите при составлении прописи, что выделение продукта необходимо провести способом высаливания.

1.4. Составить пропись синтеза.

2. Провести синтез практически.

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

Методические рекомендации по теме: *переработка жестяных отходов*

Цель: Получить сульфат железа(II) гептагидрат из жести.

1. Подготовка к синтезу.

1.1. Проанализировать возможность перевода жести (Fe) в сульфат железа(II). Какие реактивы необходимы для этого? Провести анализ ОВ-потенциалов.

1.2. Рассчитать необходимое количество реагентов в расчёте на 0,1 моль жести (почти 100%-е железо).

1.3. Составить пропись синтеза, при этом учесть, что

а) жёсть обжигают, зачищают и нарезают;

б) реакция может пойти бурно;

в) как не допустить окисления Fe^{2+} в Fe^{3+} ;

г) вещество выделяется из раствора высаливанием этиловым спиртом (двойным объёмом по отношению к объёму реакционной смеси).

2. Провести синтез практически.

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

Методические рекомендации по теме: *переработка медных отходов*

Цель получить хлорид меди(II) дигидрат из медных монет, проволоки или пластин.

1. Подготовка к синтезу.

1.1. Подобрать исходное сырьё (отходы) – проволока, монеты, медные платы.

1.2. Сравнить растворение меди в соляной и серной кислотах (теоретически и практически).

1.3. Провести расчёт, учитывая исходные вещества и продукты реакции.

1.4. Подобрать оборудование, учитывая, что необходимо длительное 30-минутное нагревание реакционной смеси (какой прибор позволяет сохранить соотношение компонентов?).

2. Составьте пропись синтеза.

3. Провести синтез практически.

4. Оформить синтез.

5. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

Методические рекомендации к теме: *переработка серебряных отходов*

Нитрат серебра – один из дорогостоящих и необходимых реактивов в учебной лаборатории. Поэтому необходимо по возможности полностью обеспечить безотходный цикл его использования.

Цель: получить нитрат серебра из отходов – галогенидов серебра.

1. Подготовка к синтезу.

1.1. Проанализировать продукты реакции взаимодействия нитрата серебра с галогенидами. Подумать, как можно получить серебро из галогенидов серебра. При этом можно опираться на теорию окислительно-восстановительных реакций. Нужно помнить, что хорошими восстановителями являются органические вещества (вспомнить реакцию «серебряного зеркала»).

1.2. Изучить по литературе методы восстановления серебра из различных соединений, опишите методики.

2. Составить пропись синтеза, используя следующие соотношения исходных веществ:

а) система окислителя:

$$m(\text{серебряных остатков}) : m(\text{H}_2\text{O}) = 10:10;$$

б) система восстановителя:

$$m(\text{NaOH}) : m(\text{H}_2\text{O}) : V(\text{формальдегида}) = 6:14:10;$$

в) нет смысла получать серебро в кристаллическом виде, переведите его в 1%-ный раствор (0,6-0,7 г порошка растворить в минимальном количестве раствора азотной кислоты и полученный раствор довести до 100 см³);

г) расчет реактивов вести на имеющееся количество отходов.

2. Провести синтез практически.

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

СИНТЕЗЫ ВЕЩЕСТВ НА ОСНОВЕ ВЕЩЕСТВ ХОЗЯЙСТВЕННО-СТРОИТЕЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Методические рекомендации для синтеза *силикагеля*

Цель получить силикагель (SiO₂) из силикатного (канцелярского) клея.

1. Подготовка к синтезу.

1.1. Провести теоретический анализ процессов, лежащих в основе получения силикагеля (реактивы, условия, контроль полноты реакции, оборудование).

2. Провести синтез практически.

3. Изготовить тест-полоски для хроматографического анализа с закрепленным слоем силикагеля

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

Методические рекомендации по получению гептагидрата сульфата магния из доломита

1. Подготовка к синтезу

1.1. Определить растворимость сульфатов кальция и магния в воде.

1.2. Определить объем серной кислоты и воды для приготовления насыщенного раствора сульфата магния.

1.3. Составить пропись синтеза.

2. Провести синтез практически.

3. Оформить синтез.

4. Подготовиться к защите (до 5 мин.)

СИНТЕЗЫ ВЕЩЕСТВ МИКРОМЕТОДОМ

Методика синтеза карбоната марганца(II) [7]

К насыщенному при 0°C раствору соли цинка или марганца (II) по каплям приливают насыщенный при 0°C раствор гидрокарбоната натрия или калия, через который предварительно в течение ~ 10 мин пропускают углекислый газ. *В каком приборе его получают? Почему рекомендуются эти условия синтеза?* Выпавший осадок отделяют от раствора, промывают несколько раз водой, насыщенной углекислым газом, и этиловым спиртом. *Почему рекомендуется насыщать воду углекислым газом? Как осуществить промывку и отделение малых количеств осадка?* Осадок, не вынимая из пробирки, сушат в вакуумном эксикаторе.

Исследование свойств полученного вещества. Испытайте отношение полученного карбоната к нагреванию, действию горячей воды, кислот, щелочей. Испытайте, что происходит с влажным осадком карбоната марганца на воздухе. Отметьте и объясните наблюдаемые эффекты. Напишите уравнения реакций.

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ТЕМЕ:

КОНСТРУИРОВАНИЕ ЗАДАНИЯ ДЛЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ТУРА ХИМИЧЕСКОЙ ОЛИМПИАДЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНТЕЗА ВЕЩЕСТВ

1. Изучить по литературе виды заданий к экспериментальному туру олимпиады.

2. Определить уровень (тур) олимпиады (школьный, городской, областной) и возраст (класс).

3. При составлении задания выделить знания, умения, способности, которые вы хотите проверить.

4. При составлении задания учесть технику безопасности, доступность реактивов и оборудования, диагностичность (сравнительный подход), привлекательность задания для участников олимпиады.

5. Оформите задание, форму отчётности, протокол наблюдений. 6. Проведите синтез.

7. Подготовьтесь к защите.

5. ПРИМЕР КОНТРОЛЯ СТУДЕНТОВ ДЛЯ ДОПУСКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

Оксалат марганца(II) дигидрат

- I. *Исходные реактивы для синтеза оксалата марганца(II)(дигидрата):*
- 1) щавелевая кислота и перманганат калия;
 - 2) щавелевая кислота, перманганат калия, уксусная кислота в избытке;
 - 3) щавелевая кислота, раствор перманганата калия, уксусная кислота несколько капель;
 - 4) щавелевая кислота и ацетат марганца (II).
- II. *Синтез оксалата марганца (II) дигидрата проводят:*
- 1) в выпарительной чашке на плитке;
 - 2) в конической колбе на плитке;
 - 3) в стаканчике на плитке;
 - 4) в конической колбе на водяной бане.
- III. *Последовательность сливания реактивов для синтеза оксалата марганца (II) дигидрата:*
- 1) к раствору перманганата калия добавить горячий раствор щавелевой кислоты в уксусной кислоте;
 - 2) к уксусной кислоте прибавить перманганат, а потом щавелевую кислоту;
 - 3) к горячему раствору щавелевой кислоты добавить уксусную кислоту и небольшими порциями приливать перманганат;
 - 4) последовательность не влияет на ход синтеза.
- IV *Синтез оксалата марганца (II) дигидрата ведут до:*
- 1) выпадения осадка;
 - 2) выпадения осадка и образования устойчивой розовой окраски;
 - 3) до прекращения выделения газов;
 - 4) до обесцвечивания жидкости;
- V. *При добавлении перманганата калия сразу всего объема может:*
- 1) произойти окисление Mn^{2+} в Mn^{4+} ;
 - 2) вспениться реакционная масса;
 - 3) произойти разложение полученного продукта;
 - 4) произойти гидролиз оксалата марганца(II).
- VI. *Очистку продукта в синтезе оксалата марганца(II) дигидрата проводят:*
- 1) промыванием с последующей декантацией;
 - 2) перекристаллизацией;
 - 3) перегонкой;
 - 4) химическим осаждением.

VII. Конечный продукт в синтезе оксалата марганца(II) дигидрата после промывания отделяют:

- 1) декантацией;
- 2) фильтрованием на «гвоздике» ;
- 3) экстракцией;
- 4) фильтрованием на воронке Шотта.

VIII. Продукт (оксалат марганца (II)дигидрата) исследуют:

- 1) на растворимость;
- 2) на разложение;
- 3) на пирофорность;
- 4) на разложение и пирофорность.

IX. Осадок оксалата марганца(II) дигидрата сушат при 80-90 °C, так как при большей температуре

- 1) идет гидролиз;
- 2) вещество разлагается;
- 3) идет окисление Mn^{2+} ;
- 4) вещество разлагается и может происходить окисление Mn^{2+} .

X. Нейтрализацию попавшего на кожу раствора перманганата калия проводят:

- 1) раствором соды;
- 2) раствором сульфита калия;
- 3) раствором щелочи;
- 4) раствором кислоты.

6. ПРИМЕР ЗАДАНИЙ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ПО МОДУЛЮ: СИНТЕЗ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

1. Приведите расчет для приготовления 20 см³ раствора азотной кислоты плотностью 1,1 г/см³ из имеющегося в лаборатории раствора плотностью 1,2 г/ см³. Опишите последовательность приготовления.

2. Определить загрузку реагентов для получения 3 г сульфата тетрааминмеди(II) по следующей методике: «Растворяют 10 г пентагидрата сульфата меди(II) в смеси из 15 см³ концентрированного раствора аммиака (плотностью 0,9 г/ см³) и 10 см³ воды. Раствор фильтруют и т.д.» Учтите, что в лаборатории имеется раствор аммиака с плотностью 0,92 г/ см³.

3. Какая температура благоприятна для восстановления оксида кадмия водородом? Оцените положение равновесия (по величине K_p) при температуре 500 °C.

4. Будет ли происходить окислительно-восстановительная реакция между концентрированной серной кислотой и сульфатом железа(III). Ответ обоснуйте без привлечения количественных характеристик.

5. Составьте уравнение реакции взаимодействия нитрита натрия с дихроматом натрия в присутствии серной кислоты. Используйте ионно-электронный метод без справочных таблиц по электродным потенциалам.

6. Можно ли получить хлор по реакции соляная кислота + дихромат калия, если взять $C(\text{дихромата калия}) = C(\text{хлороводородной кислоты}) = 10 \text{ моль/дм}^3$. Принять, что остаточная концентрация хлора в растворе $= 10^{-2} \text{ моль/дм}^3$. Вычислите реальные потенциалы, константу равновесия. Определите, как глубоко пойдет процесс.

7. Опишите метод получения газа в школьной лаборатории по плану:

- А) химическая сущность;
- Б) реактивы и оборудование;
- В) правила безопасной работы;
- Г) рисунок.

ЛИТЕРАТУРА

1. Справочник химика: в 3-х т. / Под ред. Б. П. Никольского. – Изд. 3-е испр. – Л.: Химия, 1971. – 2 т. – 1130 с.
2. Лурье, Ю. Ю. Справочник по аналитической химии: Справ. изд. / Ю. Ю. Лурье. – 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1989. – 448 с.
3. Лидин, Р. А. Справочник по неорганической химии. Константы неорганических веществ / Р. А. Лидин, Л. Л. Андреева, В. А. Молочко. – М.: Химия, 1978. – 320 с.
4. Вредные химические вещества. Неорганические соединения элементов I-IV групп: Справ. изд. / А. Л. Бандман, Г. А. Гудзовский, Л. С. Дубейковская и др.; Под ред. В. А. Филова и др. Л.: Химия, 1988. – 512 с.
5. Вредные химические вещества. Неорганические соединения элементов V-VIII групп: Справ. изд. / А. Л. Бандман, Н. В. Волкова, Т. Д. Грехова и др.; Под ред. В. А. Филова и др. Л.: Химия, 1989. – 592 с.
6. Карякин, Ю.В. Чистые химические вещества / Ю.В. Карякин, И.И. Ангелов. – М.: Химия, 1974.
7. Свиридов, В. В. Неорганический синтез. Учеб. пособие / В. В. Свиридов, Г. А. Попкович, Е. И. Василевская. – Мн.: Універсітэцкае, 2000. – 165 с.
8. Ключников, Н. Г. Неорганический синтез: Учеб. пособие для студентов пед. ин-тов по хим. и биол. спец. / Н. Г. Ключников. – 2-е изд. перераб. – М.: – Просвещение, 1988. – 240 с.
9. Леснова, Е. В. Практикум по неорганическому синтезу: Учеб. пособие для хим. и хим-технол. техникумов / Е. В. Леснова, О. А. Вишнякова. – 3-е изд. перераб. и доп. – М.: Высш. шк., 1986. – 192 с.
10. Колодяжная, С. Н. К проблеме самообеспечения химического эксперимента / С. Н. Колодяжная, О.А. Ковалева, И.А. Торбенко // Химия в школе. – 1997. – № 4. – С.56.
11. Беспалов, П. И. Как сделать безотходным школьный химический кабинет / П. И. Беспалов, А.А. Гамаюнова // Химия в школе. – 1998. – №7. – С.58.
12. Целевые образовательные программы как средство повышения специально-методической культуры учителя химии / Степанова, Н.А. Хімія: проблеми викладання, 2004. – № 4 (46). – С. 56-64; №5 (47). – С. 59-62.
13. Семенов, А.С. Справочные таблицы по работе с реактивами / А.С. Семенов // Химия в школе, 1991. – № 1. – С.42-47, № 2. – С.37-43.

Учебное издание

СТЕПАНОВА Надежда Алексеевна

**ХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И ТЕХНОЛОГИЯ
С ОСНОВАМИ ХИМИИ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Методические рекомендации
к лабораторным работам

Технический редактор

Г.В. Разбоева

Компьютерный дизайн

Е.А. Барышева

Подписано в печать .2016. Формат 60x84 ¹/₁₆ . Бумага офсетная.

Усл. печ. л. 3,14. Уч.-изд. л. 2,25. Тираж экз. Заказ .

Издатель и полиграфическое исполнение – учреждение образования
«Витебский государственный университет имени П.М. Машерова».

Свидетельство о государственной регистрации в качестве издателя,
изготовителя, распространителя печатных изданий

№ 1/255 от 31.03.2014 г.

Отпечатано на ризографе учреждения образования
«Витебский государственный университет имени П.М. Машерова».

210038, г. Витебск, Московский проспект, 33.