

ОБЩАЯ И НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ



ОБЩАЯ И НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ ДЛЯ ШКОЛЬНИКОВ

Учебно-методическое пособие

Под редакцией М. Ю. Скрипкина



УДК 542.06+546.05+372.854 ББК 24.1 О-28

Рецензенты: канд. хим. наук, доц. В. Н. Сорокоумов (СПбГУ), нар. учитель РФ, засл. учитель РФ В. Я. Башмаков (ГБУ ДО «Центр «Интеллект»)

А в т о р ы: Алябьева В. П., Борисова М. В., Воеводина Е. А., Гусев И. М., Проявкин А. А., Севастьянова Т. Н., Скрипкин М. Ю., Соколова О. Б.

Печатается по рекомендации Учебно-методической комиссии Института химии Санкт-Петербургского государственного университета

Общая и неорганическая химия: Практические работы

О-28 для школьников: учебно-методическое пособие / под. ред. М. Ю. Скрипкина. — СПб.: Изд-во С.-Петерб. ун-та, 2019. — 100 с.

ISBN 978-5-288-05908-7

Предлагаемое пособие нацелено на ознакомление школьников с приемами работы в химической лаборатории и выработку практических навыков, необходимых при подготовке к Государственной итоговой аттестации, а также профессиональных умений химика-синтетика. Благодаря тому, что представленный в пособии объем работ существенно превосходит обычный набор экспериментов по общей и неорганической химии, реализуемый в средней школе (в том числе и в классах химической специализации), книга может оказаться весьма полезной для учителей школ, позволяя им шире варьировать демонстрационный материал, предлагаемый на уроках.

Настоящее пособие предназначено для учащихся, осваивающих основные программы среднего образования в Академической гимназии имени Д. К. Фаддеева СПбГУ или дополнительные образовательные программы, реализуемые в СПбГУ.

УДК 542.06+546.05+372.854 ББК 24.1

[©] Санкт-Петербургский университет, 2019 © Авторы, 2019

СОДЕРЖАНИЕ

От авторов	5
Предисловие	6
1. Основные сведения о работе в химической лаборатории 1.1. Основы техники безопасности 1.2. Химическая посуда и оборудование 1.3. Фильтрование 1.4. Охлаждающие смеси 1.5. Методы очистки веществ 1.5.1. Перекристаллизация 1.5.2. Возгонка (сублимация)	8 9 16 20 21 21 22 22
2. Описание лабораторных работ по общей химии	24 27 29 30 30 33 34 36 37 39 42 44 46 52
2.12. Электролиз водного раствора соли меди	54

3. Описание лабораторных работ по синтезу	
неорганических веществ	59
3.1. Получение соли взаимодействием основного оксида	
с кислотой	59
3.2. Получение двойных солей	60
3.2.1. Алюмокалиевые квасцы	60
3.2.2. Хромоаммонийные квасцы	60
3.2.3. Гексагидрат сульфата аммония-никеля(II)	61
3.2.4. Соль Мора	61
3.3. Синтез неорганических препаратов	62
3.3.1. Кислород О ₂	62
3.3.2. Водород H ₂	63
3.3.3. Азот N ₂	63
3.3.4. Хлор Cl ₂	64
3.3.5. Монооксид углерода CO (угарный газ)	66
3.3.6. Закись азота N ₂ O («веселящий газ»)	67
3.3.7. Монооксид азота NO	68
3.3.8. Диоксид азота NO ₂	69
3.3.9. Трихлорид иода ICl ₃	70
3.3.10. Сульфид свинца PbS	71
3.3.11. Монохлорид меди CuCl	72
3.3.12. Бертолетова соль КСІО ₃	73
3.3.13. Кристаллический гидроксид алюминия Al(OH)₃	74
3.3.14. Хромат бария ВаСrO ₄	75
3.3.15. Дигидрат трииодоплюмбита калия $K[Pbl_3] \cdot 2H_2O$	76
3.3.16. Свинцовые кроны PbCrO₄ · nPbSO₄	77
3.3.17. Моногидрат сульфата тетраамминмеди(II)	
[Cu(NH ₃) ₄]SO ₄ ·H ₂ O	78
Список литературы	79
Приложение	80
П.1. Некоторые справочные данные для выполнения работ	80
П.2. Примеры типовых расчетов при проведении	50
очистки вещества методом перекристаллизации	82
П 3. Образны протоколов дабораторных работ	83

OT ABTOPOB

Настоящее пособие предназначено для учащихся, осваивающих основные программы среднего образования в Академической гимназии имени Д.К. Фаддеева СПбГУ или дополнительные образовательные программы на базе АГ СПбГУ или Ресурсного образовательного центра по направлению «Химия». Авторы издания сотрудники Санкт-Петербургского государственного университета, на протяжении многих лет работающие со школьниками как в качестве преподавателей Академической гимназии СПбГУ, так и в рамках олимпиад, химических турниров, сессий для школьников различных регионов России и так далее. Основная задача, поставленная авторами, — ознакомление обучающихся с важнейшими приемами работы в современной химической лаборатории, выработка у них как практических навыков, необходимых при подготовке к Государственной итоговой аттестации (как известно, «лучше один раз увидеть, чем сто раз услышать»), так и профессиональных умений химика-синтетика. Следует отметить, что раздел «Описание лабораторных работ по общей химии» содержит всю теоретическую и практическую информацию, необходимую для успешной сдачи ЕГЭ по химии. Благодаря тому, что представленный объем работ существенно превосходит обычный набор экспериментов по общей и неорганической химии, реализуемый в средней школе (в том числе и в классах химической специализации), пособие может быть весьма полезно для учителей школ, позволяя им шире варьировать демонстрационный материал, предлагаемый на уроках.

ПРЕДИСЛОВИЕ

Дорогой юный химик!

Мы рады видеть вас среди нового поколения «покорителей вещества» — химиков. В ближайшее время вам предстоит познакомиться с самыми разными сторонами химической науки, освоить разнообразные методы и подходы, без которых трудно себе представить работу современного исследователя. Однако никогда не забывайте, что химия — это наука о веществе и его превращениях. И несмотря на развитие и все возрастающее значение теоретических методов, формирование навыков экспериментальной работы, приобщение к искусству химического синтеза по-прежнему остается важнейшим этапом подготовки современного химика.

Еще во времена алхимиков все описания таинства превращений одних веществ в другие являлись важнейшей информацией, а умелая реализация этих превращений — критерием мастерства исполнителя. А какое искусство и смекалку проявил С. В. Лебедев, выполняя дипломную работу по теме «Исследование трихлорметило-метоксифенилкарбинола»! На завершающем этапе двухлетней работы по синтезу вещества он разбил колбочку с долгожданным продуктом. Однако ученый не растерялся: он настриг фильтровальную бумагу, смочил ее эфиром, собрал, как мог, содержимое колбы, а затем из эфирного экстракта выделил нужное ему вещество, потеряв лишь незначительную его часть, и провел необходимые исследования. Значительное число Нобелевских премий по химии присуждено за развитие методов синтеза соединений различных классов: от Эмиля Фишера («За эксперименты по синтезу веществ с саха-

ридными и пуриновыми группами», 1902 г.) и Адольфа фон Байера («За заслуги в развитии органической химии и химической промышленности благодаря работам по органическим красителям и гидроароматическим соединениям», 1905 г.) до Роберта Граббса, Ричарда Шрока и Ива Шомена («За вклад в развитие метода метатезиса в органическом синтезе», 2005 г.), Ричарда Хека, Эйити Нэгиси и Акиры Судзуки («За палладий-катализируемые реакции кросс-сочетания в органическом синтезе», 2010 г.).

Умение грамотно провести синтез, выделить нужный продукт — чрезвычайно важный компонент профессиональной работы современного химика. Ведь именно ему предстоит решать задачи получения новых материалов, создания современных лекарственных препаратов и т. д. И чем искуснее владеет исследователь этим мастерством, чем совершеннее его навыки в получении веществ, извлечении их из многокомпонентных смесей, их идентификации, тем более востребованным специалистом он окажется. Весь процесс обучения химика направлен на формирование у него умения использовать современные методы синтеза, разделения, идентификации веществ. И начало этому процессу желательно положить еще в школе.

В настоящем пособии дана краткая информация о методах и подходах, используемых в процессе синтеза и очистки неорганических веществ, приведено описание ряда работ, выполняя которые вы сумеете закрепить на практике свои знания об основных закономерностях химических превращений, а также приобрести и закрепить навыки химика-синтетика. Наличие таких навыков позволит вам перейти в дальнейшем к работе в лабораториях аналитического, физико-химического и органического профиля и будет надежной основой вашей дальнейшей деятельности в сфере химии.

Желаем успехов в вашем становлении как химика-профессионала!

1. ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1.1. ОСНОВЫ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Некоторые начинающие химики пренебрежительно относятся к мерам безопасности, соблюдение которых обязательно при проведении химических экспериментов. В настоящем пособии мы сочли целесообразным вкратце напомнить вам самое важное, относящееся к данному вопросу.

- 1. При работе в лаборатории необходимо надеть рабочий халат для предохранения одежды от прожогов и загрязнений.
- 2. Перед началом работы следует внимательно ознакомиться с помещением лаборатории, с оборудованием, приборами, средствами пожаротушения (огнетушитель, противопожарное одеяло, песок для тушения).
- 3. Емкости с концентрированными растворами кислот, щелочей, а также с растворами сильно пахнущих веществ размещаются на подносе в вытяжном шкафу. Бутыли с этими веществами обязательно должны быть закрыты стеклянными пробками. Растворы, находящиеся в вытяжном шкафу, перемещать на рабочий лабораторный стол запрещается. Емкости для слива отходов кислот и щелочей, а также органических жидкостей также размещаются в вытяжном шкафу.
- 4. При разбавлении концентрированных кислот следует тонкой струей вливать **кислоту в воду** небольшими порциями, постоянно перемешивая раствор стеклянной палочкой.
- 5. Все операции, связанные с получением газообразных веществ, должны проводиться в вытяжном шкафу.
- 6. При работе с газовой горелкой необходимо следить, чтобы пламя не проникало внутрь горелки (так называемый проскок пламени). Если же это произошло, следует закрыть кран,

- дать горелке остыть и только после этого вновь открыть ее, уменьшив приток воздуха.
- 7. Если пламя охватило вашу одежду или одежду соседа, используйте противопожарное одеяло для прекращения доступа воздуха. **Немедленно обратитесь к лаборанту или преподавателю!** После этого воспользуйтесь медицинской аптечкой.
- 8. При попадании на кожу или в глаза кислот сразу промойте пораженный участок большим количеством воды, а затем раствором питьевой соды; при попадании щелочей раствором борной кислоты. Затем снова промойте пораженный участок водой. Немедленно обратитесь к лаборанту или преподавателю!
- 9. При работе с горючими и легковоспламеняющимися веществами ни в коем случае не ставьте их вблизи открытого пламени газовых горелок.
- 10. При проведении реакции не наклоняйтесь над емкостью с реакционной смесью.
- 11. Все реактивы берите чистым сухим шпателем, эксперимент проводите в предварительно вымытой, чистой химической посуде.

1.2. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

Для проведения различных химических опытов применяется особая посуда из тонкостенного и толстостенного стекла. Изделия из тонкостенного стекла стойки к изменениям температуры, поэтому в них обычно проводят химические операции, требующие нагревания. Химическую посуду из толстостенного стекла нагревать нельзя. Ниже описана наиболее часто используемая лабораторная посуда и приведены фотографии соответствующих предметов.

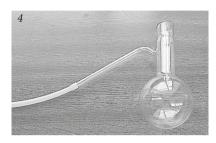
Изделия из стекла

- Пробирки.
- 2. Стаканы различного объема; специальная отметка матовый квадрат указывает на термическую устойчивость стекла: это означает, что стакан можно нагревать открытым пламенем и наливать в него горячий раствор.
- 3. **Колбы круглодонные** для нагревания растворов при высокой температуре в течение длительного времени.















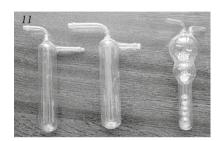


Изделия из стекла:

— пробирки, 2 — стаканы химические, 3 — колбы круглодонные, 4 — колба Вюрца, 5 — колбы конические, 6 — колбы Бунзена, 7 — кристаллизаторы, 8 — воронки.

















Изделия из стекла:

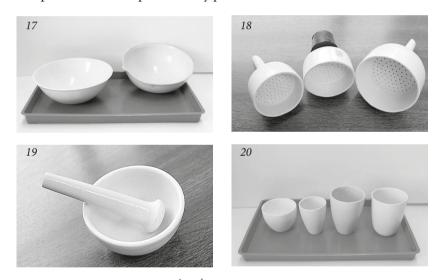
9 — эксикаторы (справа — вакуум-эксикатор), 10 — бюксы, 11 — промывные склянки (слева и по центру) и барботер (справа), 12 — капельные воронки, 13 — фильтры Шотта, 14 — чашки Петри, 15 — склянка Тищенко, 16 — хлоркальциевые трубки.

- 4. **Колбы Вюрца** круглодонные колбы с длинным горлом, от которого отходит под углом длинная отводная трубка. Они предназначены для получения газообразных веществ (Cl₂, CO₂, SO₂ и др.).
- 5. **Колбы конические (колбы Эрленмейера)** различного объема используют в аналитической практике при проведении титрования.
- 6. **Колбы Бунзена** используются для фильтрования под низким давлением.
- 7. **Кристаллизаторы** плоскодонные стеклянные сосуды. Их применяют при перекристаллизации веществ, для охлаждения растворов с использованием специально приготовленных охлаждающих смесей.
- 8. *Воронки* служат для переливания жидкостей, для фильтрования и отделения раствора от осадка.
- 9. Эксикаторы емкости с притертой стеклянной крышкой для высушивания и хранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. На дно эксикатора помещают осушители: $CaCl_2$, H_2SO_4 , NaOH, P_4O_{10} и др. Некоторые вещества рекомендуется хранить в вакуум-эксикаторах; такие эксикаторы имеют в крышке специальную трубку с краном, которую присоединяют к источнику вакуума (водоструйному насосу, масляному насосу и т.п.). С помощью насоса в эксикаторе создается вакуум, после чего кран перекрывают. Для герметичности на плоскость соединения чаши эксикатора с его крышкой наносится специальная смазка.
- 10. **Бюксы** стеклянные сосуды с притертой крышкой для хранения и взвешивания небольших количеств веществ.
- 11. **Промывные склянки (склянки Дрекселя)** и **барботеры** применяются для очистки и промывания газов, а также для пропускания через слой жидкости пузырьков газа или пара.
- 12. **Капельные воронки** предназначены для добавления вещества к реакционной смеси небольшими порциями или по каплям. Скорость прилития регулируется краном.
- 13. **Фильтры Шотта (стеклянные фильтры, воронки фильтрующие)** стеклянные воронки с пластинкой из пористого стекла. Размер пор может быть различным.
- 14. **Чашки Петри** используются в химии для медленного испарения жидкостей, а также как подложка при высушивании порошков.
- 15. Склянки Тищенко сосуды, предназначенные для промывки и очистки газов от примесей, а также используемые в качестве предохранительных склянок при работе с вакуумным насосом.
- 16. **Хлоркальциевые трубки** применяются для предохранения различных веществ и растворов от попадания в них нежела-

тельных примесей из воздуха, как, например, паров воды, двуокиси углерода и пр.

Фарфоровая посуда

- 17. **Чашки выпарительные** служат для выпаривания растворов при нагревании.
- 18. **Воронки Бюхнера** предназначены для фильтрования под вакуумом. Верхняя часть воронки, в которую наливают жидкость, перфорированной перегородкой отделена от нижней части, подсоединенной к источнику вакуума.
- 19. *Ступки с пестиком* используются для измельчения твердых веществ.
- 20. **Тигли** емкости для работы при высоких температурах; применяются для нагрева, высушивания, сжигания, обжига или плавления различных материалов в муфельной печи.

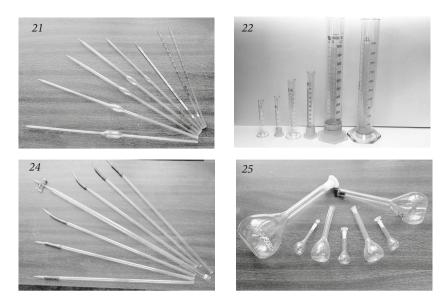


Фарфоровая посуда:

17 — чашки выпарительные, 18 — воронки Бюхнера, 19 — ступка с пестиком, 20 — тигли.

Мерная посуда

- 21. *Мерные пипетки* служат для точного отмеривания определенного объема жидкости (аликвоты).
- 22. **Мерные цилиндры** сосуды различного объема с нанесенными на наружные стенки делениями, указывающими объем в мил-



Мерная посуда:

21 — мерные пипетки, 22 — мерные цилиндры, 23 — бюретки, 24 — мерные колбы.

лилитрах. Объем определяется по нижнему мениску жидкости на уровне нужного деления.

- 23. **Бюретки** тонкие градуированные стеклянные трубки, открытые на одном конце и снабженные запорным краном на другом. Они предназначены для измерения точных объемов жидкостей, применяются при титровании растворов.
- 24. **Мерные колбы** служат для разбавления растворов до определенного объема, соответствующего отметке в верхней части колбы. Также их используют для растворения навески вещества в определенном объеме растворителя.

Приборы из стекла

25. **Холодильники** — лабораторные приборы для конденсации паров жидкостей при перегонке или нагревании (кипячении). В зависимости от способа применения различают несколько типов холодильников.

Прямой холодильник (нисходящий) — применяется для конденсации паров и отвода образовавшегося конденсата из реакционной системы. Сбор конденсата ведется в колбу-приемник.





Приборы из стекла: 25 — холодильники, 26 — насосы водоструйные.

Обратный холодильник — применяется для конденсации паров и возврата конденсата в реакционную смесь. Устанавливают такие холодильники обычно вертикально.

Существует несколько конструкционных типов холодильников. Важнейшими из них являются холодильник Либиха, обычно применяемый в качестве нисходящего, и шариковый холодильник, применяемый в качестве обратного холодильника.

26. **Насос водоструйный** — устройство для создания пониженного (до 20 мм рт. ст.) давления при лабораторных работах. Изготавливается из стекла или из пластика. Принцип работы заключается в том, что вода, проходя через сопло насоса с большой скоростью, увлекает окружающий воздух и выводит его с собой наружу, что и создает разрежение.

Дополнительное лабораторное оборудование

- 27. *Горелка Теклю* вариант газовой горелки, позволяющий достаточно тонко регулировать подачу воздуха и газа.
- 28. **Баня водяная** устройство для нагревания веществ, когда требуемая температура не превышает 100 °C. Она представляет собой заполненную водой емкость со сменными кольцами, позволяющими удерживать нагреваемый сосуд. В лабораторной практике используются также *масляные и песчаные бани*, в которых нагреваемой средой являются соответственно масло или песок.
- 29. **Щипцы тигельные** служат для захвата и переноса горячих тиглей и других предметов при лабораторных работах.
- 30. **Шкаф сушильный** применяется для сушки веществ при температурах до 200–350 °C (зависит от марки шкафа), а также для быстрого высушивания лабораторной посуды.











Дополнительное лабораторное оборудование: 27 — горелки Теклю, 28 — баня водяная, 29 — щипцы тигельные, 30 — шкаф сушильный, 31 — печь муфельная.

31. **Печь муфельная** — печь из огнеупорного материала. Используется для проведения высокотемпературных твердофазных синтезов, плавки стекол, при прокаливании и т. п.

1.3. ФИЛЬТРОВАНИЕ

Одной из важнейших стандартных операций, используемых при очистке веществ, является *фильтрование*. Сущность его состоит в том, что жидкость с находящимися в ней частицами твердого вещества пропускают через пористую перегородку (фильтр). Скорость фильтрования зависит от размера пор фильтра, размеров частиц твердого вещества, давления, вязкости жидкости, температуры.

В лаборатории чаще всего используют бумажные фильтры. Размер пор фильтра маркируется цветом на упаковке (табл. 1).

Размер фильтра должен быть таков, чтобы верхний край его не доходил до края воронки на 3–5 мм. Необходимо, чтобы фильтр

Таблица 1. Классификация бумажных фильтров (по уменьшению размера пор)

Сорт	Диаметр пор, мкм	Краткая характеристика	Основное применение
«Черная лента»	12–25	Крупнопористая мяг- кая бумага с рыхлой структурой; очень высокая скорость фильтрации	Фильтрация хлопьевидных и грубых осадков, амфотерных гидроксидов, сульфидов меди, висмута, кобальта, железа, различных металлорганических веществ. Сорт, наиболее широко используемый для аналитических работ.
«Красная лента»	8–12	Крупнопористая; умеренная скорость фильтрации	Быстрая фильтрация крупно- дисперсных осадков: фосфата магния-аммония, арсената магния-аммония и т. д.
«Белая лента»	5–8	Средний размер пор; высокая скорость фильтрации	Отделение крупнодисперсных осадков: сульфидов серебра, мышьяка, кадмия, свинца, железа и марганца, хромата свинца, карбонатов щелочноземельных металлов и т.п.
«Желтая лента»	5–8	Средний размер пор, низкое содержание жира (обезжиренные фильтры); высокая скорость фильтрации	Фильтрация крупнодисперсных осадков. Используется главным образом при анализе жиросодержащих объектов.
«Синяя лента»	3–5	Мелкопористая, очень плотная; низкая скорость фильтрации	Отделение мелкозернистых осадков: осажденного при пониженной температуре сульфата бария, оксида меди и т.д.
«Зеленая лента»	2–3	Узкие поры, плотная; очень низкая скорость фильтрации	Фильтрация мелкодисперсных осадков: сульфата бария, молибдата свинца, диоксида свинца, гидроксида кальция, фторида кальция, сульфида никеля, сульфида олова и т.д.
«Фиолетовая лента»	1-2	Особо мелкие поры и высокая плотность; самая низкая скорость фильтрации; наиболее эффективная фильтрация самых мелких осадков	Фильтрация мелкозернистых осадков: сульфата бария, оксида меди и т.д.

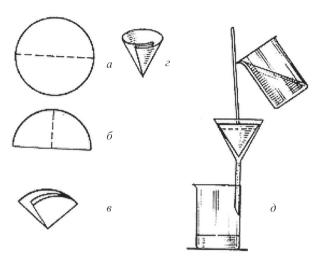


Рис. 1. Последовательность складывания бумажного фильтра ($a-\epsilon$) и перенос раствора с осадком на фильтр (∂) [Коростелев, 1981, с. 40]

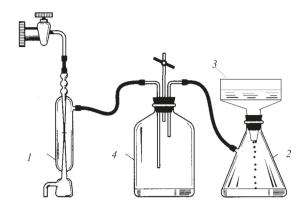
всей своей поверхностью плотно прилегал к стенкам воронки; для этого его смачивают дистиллированной водой. Между фильтром и воронкой не должно быть пузырьков воздуха. Воронку с фильтром помещают в кольцо штатива так, чтобы нижний ее конец соприкасался со стенкой сосуда, в который ведется фильтрование. Жидкость переносится на фильтр по стеклянной палочке (рис. 1).

В случае если фильтруемый раствор содержит концентрированную щелочь, кислоту, сильный окислитель и другие вещества, которые разрушают бумажные фильтры, для фильтрования используют воронки с пористым стеклянным фильтром (фильтр Шотта). В зависимости от размера пор стеклянные фильтры различают по номерам, указанным в табл. 2.

Таблица 2. Соотношение маркировки стеклянных фильтров (фильтры Шотта) с типом осадка

Маркировка фильтра	Размер пор, мкм	Характеристика осадка	
P 160	100-160 Крупнокристаллическ		
P 100	40-100	Среднекристаллический	
P 40	16-40	Мелкокристаллический	
P 16	10-16	Очень мелкокристаллический	

Источник: [Воскресенский, 1973, с. 441].



Puc. 2. Схема установки для фильтрования под вакуумом:

1 — водоструйный насос (может использоваться другой источник вакуума), 2 — колба Бунзена, 3 — воронка Бюхнера (может также использоваться стеклянный фильтр), 4 — предохранительная склянка (защищает от попадания воды в колбу Бунзена при резком перепаде давления; не является обязательным элементом установки) [Коростелев, 1981, с. 41]

Фильтрование под обычным давлением происходит за счет гидростатического давления жидкости, находящейся на фильтре. В случае очень медленно фильтрующихся осадков фильтрование ведут отсасывая воздух из сосуда, в который проходит фильтрат. В приемнике (колба Бунзена) создается пониженное давление, и жидкость фильтруется под давлением атмосферного воздуха. Чем выше вакуум, тем быстрее протекает фильтрование. ВНИМАНИЕ! Перед фильтрованим под вакуумом раствор предварительно следует охладить!

Для фильтрования под вакуумом пользуются прибором, который состоит из колбы Бунзена, фарфоровой воронки Бюхнера (или фильтра Шотта) и водоструйного насоса (рис. 2).

В воронку Бюхнера вкладывают кружок фильтровальной бумаги, диаметр которого должен быть на 1 мм меньше диаметра воронки. Перед началом работы насос необходимо проверить. Для этого открывают водопроводный кран и закрывают пальцем боковое отверстие насоса. Если палец присасывается, то насос действует. Для того чтобы бумажный фильтр плотно пристал к поверхности воронки, перед фильтрованием его прямо на воронке смачивают дистиллированной водой. Затем в воронку Бюхнера, вставленную в колбу Бун-

зена, наливают жидкость с осадком и подсоединяют к включенному насосу. Поскольку во время фильтрования в колбе будет создаваться вакуум, при наличии в стекле трещин она может разорваться. В связи с этим во время работы колбу следует помещать в специальную защитную оплетку.

При фильтровании в колбе не должно накапливаться большое количество фильтрата, так как он может попасть в насос. По окончании фильтрования сначала отсоединяют от насоса колбу Бунзена, а затем выключают насос.

1.4. ОХЛАЖДАЮЩИЕ СМЕСИ

В лабораторной практике нередко требуется проводить синтез или очистку веществ при пониженной температуре. Для этой цели можно воспользоваться промышленным криостатом, однако гораздо чаще применяются охлаждающие смеси различного состава. В них понижение температуры осуществляется за счет процесса растворения (многие соли растворяются эндотермично). Если использовать вместо воды лед, то достигается дополнительное понижение температуры в результате поглощения теплоты при плавлении льда. Ниже приведены примеры наиболее распространенных охлаждающих смесей (табл. 3).

	Вода		Лед		
Соль	Масса соли, г/100 г воды	Δt, °C*	Масса соли, г/100 г льда	t, °C**	
NaCl	36	2,5	33	-21,2	
(NH ₄) ₂ SO ₄	75	6,4	62	-19,0	
Na ₂ CO ₃ · 10H ₂ O	40	9,1	20	-2,1	
KCl	30	12,6	30	-11,1	
NH ₄ Cl	30	18,4	25	-15,8	
NaNO ₃	75	18,5	59	-18,5	
CaCl ₂ ·6H ₂ O	250	23,2	143	-55,0	
NH ₄ NO ₃	60	27,2	45	-17,3	
NH₄NCS	133	31,2	_	_	

Таблица 3. Охлаждающие смеси из воды (льда) и соли

150

KNCS

^{34,5} * Δt — понижение температуры при начальной температуре воды 10–15 °C.

^{**} t — температура, достигаемая с использованием данной охладительной смеси.

1.5. МЕТОДЫ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВ

Реактивы, выпускаемые в промышленности или получаемые в лаборатории, могут содержать растворимые и нерастворимые примеси. Принятая в отечественной химической промышленности классификация реактивов *по степени чистоты*, т.е. по содержанию основного вещества и допустимых примесей, приведена в табл. 4.

Квалификация реактива	Сокращенное обозначение	Содержание основного вещества, %	Содержание отдельных примесей, %
Технический	техн.	Для твердых веществ — не менее 70	Не нормируется
Чистый	ч.	Не менее 98	0,01-0,5
Чистый для анализа	ч. д. а.	Не менее 99	До 0,1
Химически чистый	х. ч.	Выше 99	$1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-5}$
Особо чистый	ос. ч.	Близко к 100	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-10}$

Таблица 4. Квалификация химических реактивов

В лабораторной практике чаще всего применяются следующие методы очистки веществ: для твердых веществ — перекристаллизация и возгонка, для жидкостей — перегонка (дистилляция), для газов — вымораживание примесей и поглощение газов-примесей различными веществами.

1.5.1. ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ

Очистка перекристаллизацией основывается на изменении растворимости вещества с изменением температуры. Под *растворимостью* понимают содержание (концентрацию) растворенного вещества в насыщенном растворе. Она обычно выражается или в процентах, или в граммах растворенного вещества на 100 г растворителя. Легче всего очищаются данным способом вещества, растворимость которых сильно возрастает при повышении температуры. Если растворимость мало изменяется с повышением температуры, то вещество выделяют из раствора испарением части растворителя. На практике процесс перекристаллизации реализуется следующим образом. Вещество, переведенное в раствор, очищается от грубых механических примесей фильтрованием. Затем при понижении температуры или упаривании раствора достигается насыщение раство-

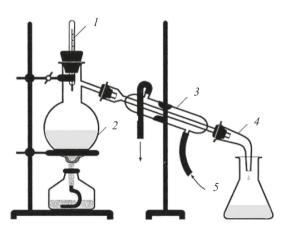
ра по основному веществу, которое выпадает в осадок и легко может быть выделено фильтрованием, в то время как относительно примесей раствор остается ненасыщенным.

1.5.2. ВОЗГОНКА (СУБЛИМАЦИЯ)

Это переход твердого вещества в пар, минуя жидкое состояние. Возгонку применяют для очистки твердых веществ, характеризующихся высоким давлением пара, таких как, например, иод, бензойная кислота, нафталин, некоторые соли аммония. При повышении температуры указанные вещества переходят в пар и могут быть сконденсированы на холодной поверхности, в то время как нелетучие примеси остаются в исходном сосуде.

1.5.3. ПЕРЕГОНКА (ДИСТИЛЛЯЦИЯ)

Перегонка (соответствующая установка представлена на рис. 3) основана на превращении жидкости в пар с последующей конденсацией пара в жидкость. Перегонкой можно полностью очистить жидкость от нелетучих примесей, а в ряде случаев — разделить смесь жидкостей на отдельные фракции. Именно данный метод используют для получения дистиллированной воды и при ректификации нефти. Физико-химические основы его состоят в том, что жидкость закипает при той температуре, при которой давление ее насыщенного



Puc. 3. Схема установки для перегонки жидкости:

1 — термометр, 2 — колба Вюрца, 3 — холодильник Либиха, 4 — аллонж, 5 — подключение холодной воды [Коростелев, 1981, с. 42]

пара становится равным внешнему давлению (обычно атмосферному). Чистое вещество при постоянном давлении кипит при строго определенной температуре. Смеси, как правило, кипят при разных (неопределенных) температурах. Поэтому температура кипения является важной характеристикой чистоты вещества. Вещество тем чище, чем меньше разница между температурой кипения вещества и температурой, при которой оно перегоняется 1.

1.5.4. ОСУШКА И ОЧИСТКА ГАЗА

Для очистки и осушки газа обычно используют вещества, которые поглощают примеси, в том числе водяные пары, присутствующие в газе изначально или образующиеся в результате побочных реакций при получении газов. Выбор способа очистки газов зависит как от химических и физических свойств самих газов, так и от свойств содержащихся в них примесей. В лабораторной практике для осушки газов чаще всего применяют концентрированные растворы серной или фосфорной кислот, безводные хлорид кальция или перхлорат магния (ангидрон), безводный сульфат меди(II), оксид фосфора(V) (фосфорный ангидрид), твердый гидроксид натрия (едкий натр), оксид кальция (негашеная известь), смесь твердых гидроксида натрия и оксида кальция (натронная известь), частично обезвоженный гель кремниевой кислоты (силикагель) и другие. В каждом конкретном случае выбирают такой осушитель, который поглощал бы пары воды, но не реагировал бы с осущаемым газом. Например, для осушки аммиака нельзя использовать первые шесть из числа указанных осушителей, поскольку аммиак реагирует с ними.

Осушающие вещества могут быть жидкими (серная кислота) или твердыми — в виде гранул (хлорид кальция), зерен (силикагель), порошков (фосфорный ангидрид). Жидкие осушители используются в промывных склянках. Твердые осушители наиболее часто применяются в специальных осушительных колонках, склянках Тищенко, U-образных или хлоркальциевых трубках.

 $^{^1}$ Следует помнить, что существуют так называемые азеотропные смеси (азеотропы) — смеси двух или более жидкостей, состав которых не меняется при кипении, т. е. смеси с одинаковым составом равновесных жидкой и газовой фазы. Такие смеси невозможно разделить перегонкой. Например, азеотропная смесь воды и этилового спирта содержит 95,57 масс. % $\rm C_2H_5OH$ и кипит при температуре 78,15 °C. Этим и объясняется принятая промышленная концентрация этилового спирта 96 %.

2. ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ОБЩЕЙ ХИМИИ

2.1. ВЗВЕШИВАНИЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧНОСТИ ОТБОРА АЛИКВОТЫ ВЕСОВЫМ МЕТОДОМ

Becы — важнейший прибор, необходимый в каждой химической лаборатории. Различают три основных типа весов:

- технические определяют массу с точностью до 0,01 г;
- аналитические определяют массу с точностью до 0,0001 г;
- микровесы, точность которых варьирует в пределах 10^{-5} – 10^{-6} г.

Перед началом работы требуется подготовить весы к работе. Сначала необходимо разместить их на устойчивой к вибрации твердой ровной поверхности стола и добиться строго горизонтального расположения чаши весов. Регулировка горизонтального расположения весов производится при помощи установочных ножек — винтов.

Перед проведением взвешивания следует проконтролировать правильность показаний весов — провести процедуру калибровки. Современные электронные весы, как правило, имеют функцию внутренней калибровки. Такую калибровку необходимо проводить после каждого перемещения весов в пространстве. Процедуру внутренней калибровки осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации весов. В случае отсутствия возможности ее осуществления проводят калибровку с использованием калибровочной гири. Данную процедуру также проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации весового оборудования.

После проведения калибровки проверяют правильность показаний весов. Для этого помещают на чашу весов калибровочную гирю известной массы и регистрируют значение массы, которое должно быть стабильным и совпадать с известной массой гири в пределах, не превышающих погрешность весов. Если указанное условие не выпол-

няется, процедуру калибровки повторяют. Если повторная калибровка также не приводит к удовлетворительной работе оборудования, весы не могут использоваться для измерений и требуют ремонта.

Цели работы

- 1. Научиться использовать весы для определения массы сыпучих образцов и фиксированных объемов жидкости.
- 2. Используя весы как контрольно-измерительное оборудование, научиться отбирать аликвоты с помощью мерной пипетки.

Ход работы

1. Взвешивание сухих образцов массой 2 г

Поместите на чашу весов пустой стеклянный стакан, запишите полученное значение массы сосуда, снимите сосуд с чаши весов. С помощью фарфоровой ложечки, лопатки или шпателя внесите в стакан сухое сыпучее вещество и вновь установите стакан на чашу весов. По разности масс стакана с веществом и пустого стакана определите массу сухого вещества.

Если масса сухого вещества в стакане не находится в пределах $2,0\pm0,1$ г, необходимо либо повторить процедуру в случае недостатка вещества в стакане, либо отсыпать часть вещества из стакана. ВНИМАНИЕ! Отсыпать вещество обратно в банку с реактивом нельзя!

Перед снятием стакана не забудьте выключить весы!

Если программное обеспечение весов позволяет использовать функцию тарирования (обнуления массы груза), допускается использование данной функции для исключения необходимости расчета разности масс. В этом случае последовательность взвешивания должна быть такой:

- поместите на чашу весов пустой стеклянный стакан, после установления постоянного значения массы дайте команду обнулить массу груза;
- снимите стакан, внесите в него навеску сухого вещества, установите стакан на чашу весов и запишите значение массы сухого вещества в стакане.

2. Отбор фиксированной навески образца методом отсыпания

Поместите на чашу весов пробирку с сухим сыпучим веществом, запишите полученное значение массы. Отсыпьте часть вещества

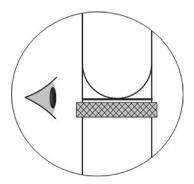
в пустой стеклянный стакан и повторно взвесьте пробирку с веществом. По разности массы пробирки до и после отсыпания рассчитайте массу отобранной сыпучей пробы.

3. Определение массы аликвоты дистиллированной воды

Поместите на чашку весов пустой стеклянный сосуд (колбу, стакан) и запишите массу сосуда. С помощью пипетки Мора объемом 20–25 мл и резиновой спринцовки поместите в сосуд фиксированный объем (аликвоту) дистиллированной воды. Необходимо соблюдать следующие требования:

- при отборе жидкости пипетка должна находиться в строго вертикальном положении; при установке «нижней горбушки» мениска (границы жидкость воздух) на уровне глаз наблюдателя мениск должен быть расположен на одном уровне с меткой, причем метки на передней и задней частях пипетки должны сливаться в одну (рис. 4);
- при выливании отобранной аликвоты в сосуд держать пипетку следует строго вертикально, иначе часть жидкости будет удерживаться в пипетке за счет сил поверхностного натяжения;
- объем пипетки рассчитан таким образом, что последняя капля удерживается в носике пипетки силами поверхностного натяжения. Выдувать эту каплю из носика пипетки не следует;
- при отборе аликвоты необходимо исключить наличие пузырьков воздуха в объеме отбираемой жидкости.

После отбора аликвоты в сосуд определите массу сосуда с жидкостью. По разности масс рассчитайте массу отобранной аликвоты.



Puc. 4. Положение глаза наблюдателя относительно мениска при отборе аликвоты

Повторите процедуру определения массы аликвоты еще 4–5 раз. При качественном выполнении операции значения во всех опытах должны различаться не более чем на $\pm 0,1$ г. В случае если данное условие не выполняется, процедуру повторяют.

Рассчитайте среднее значение найденной массы аликвоты. С помощью термометра определите температуру дистиллированной воды и по зависимости плотности воды от температуры рассчитайте усредненное значение объема жидкости, отбираемой в процессе опытов. Сопоставьте полученное значение c указанным на пипетке значением объема аликвоты. В случае различия в значениях более чем на $0.5\,\%$ повторите выполнение опыта $N\!\!$ 2.

2.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЯРНОЙ МАССЫ ГАЗА

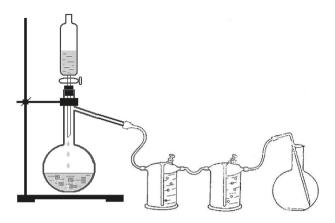
Цель работы

Определить молярную массу газообразного вещества весовым методом: найти массу фиксированного объема данного газа при заданных условиях (температура, давление).

Ход работы

Масса газа определяется взвешиванием на технических весах с точностью $\pm 0,01$ г. Порядок взвешивания приведен ниже.

1. Сухую плоскодонную колбу емкостью 1000-2000 мл закройте плотно притертой пробкой и отметьте маркером уровень, до которого пробка вошла в горло колбы. Взвесьте колбу с пробкой, запишите результат, обозначив полученное значение m_1 . Не забудьте, что на самом деле вы определили массу не пустой колбы, а колбы, заполненной воздухом! Заполните колбу углекислым газом, предварительно пропустив его через две промывные склянки: одну — с насыщенным раствором NaHCO₃, вторую — с концентрированной серной кислотой. Конец газоотводной трубки второй склянки опустите во взвешенную колбу почти до самого дна (рис. 5). Медленно пропускайте углекислый газ в колбу в течение 15-20 мин. После этого осторожно выньте газоотводную трубку из колбы и немедленно закройте колбу пробкой. При этой операции придерживайте колбу у горла наверху двумя пальцами в вертикальном положении. Это необходимо, чтобы не нагреть ее руками и не выпустить часть углекислого газа при ее наклоне.



Puc. 5. Схема установки для получения и очистки углекислого газа [Коростелев, 1981, с. 72]

- 2. Взвесьте колбу с углекислым газом, запишите результаты взвешивания (m_2) . Отметьте условия проведения опыта (t, P).
- 3. Проведите опыт, контролирующий полноту вытеснения воздуха из колбы с углекислым газом. Для этого нужно дополнительно пропустить в колбу углекислый газ в течение 5 мин и снова взвесить колбу с газом. Если колба была полностью заполнена углекислым газом, результаты первого и второго взвешивания должны различаться не более чем на ±0,01 г. В противном случае процедуру заполнения колбы газом повторите снова.
- 4. Определите объем колбы. Для этого наполните колбу водой до метки, после чего перелейте воду в мерный цилиндр и по возможности точнее замерьте объем воды.
- 5. Рассчитайте молярную массу углекислого газа с использованием уравнения Менделеева Клапейрона:

$$PV = RTm/M$$
,

где P — давление (Па), V — объем колбы (м³), m — масса газа (г), M — молярная масса газа (г/моль), R — универсальная газовая постоянная (если вы работаете с единицами системы СИ, она имеет значение $8,314~\rm Дж\cdot моль^{-1}\cdot K^{-1}$), T — абсолютная температура (K).

6. Вычислите относительную погрешность определения молярной массы CO₂ по формуле:

$$\delta(\%) = |[M(CO_2)_{9KCII} - M(CO_2)] / M(CO_2)| \cdot 100 \%.$$

2.3. УСТАНОВЛЕНИЕ ФОРМУЛЫ КРИСТАЛЛОГИДРАТА

Кристаллогидраты — вещества (как правило, соли), в состав которых входят молекулы воды. Такая вода называется кристаллизационной.

При нагревании большинство кристаллогидратов разлагается с выделением воды в виде газообразного продукта. Например, разложение медного купороса протекает в два этапа по схеме:

$$CuSO_4 \cdot 5H_2O \rightarrow CuSO_4 \cdot H_2O$$
 (при $t = 110$ °C)
 $CuSO_4 \cdot H_2O \rightarrow CuSO_4$ (при $t = 258$ °C).

В результате разложения образуется безводный сульфат меди белого цвета.

Ступенчатый характер разложения медного купороса и многих других веществ можно отчетливо проследить используя термические методы анализа, такие как термогравиметрия (ТГ), показывающая изменение массы образца с изменением температуры, и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), регистрирующая тепловые эффекты процессов, протекающих в том или ином температурном интервале. Следует отметить, что данные ТГ и ДСК характеристичны для конкретного вещества и могут быть использованы для его идентификации.

Цель работы

Определить формулу кристаллогидрата с неизвестным содержанием кристаллизационной воды путем определения массовой доли воды в кристаллогидрате.

Ход работы

Получите у преподавателя кристаллогидрат неизвестного состава. Поскольку разные кристаллогидраты теряют кристаллизационную воду при разных температурах, необходимо уточнить у преподавателя, при какой температуре следует проводить разложение кристаллогидрата.

В предварительно взвешенный сухой тигель или бюкс поместите 1–2 г кристаллогидрата, выданного преподавателем. Взвесьте емкость с веществом с точностью до 0,001 г и поместите в муфельную печь или сушильный шкаф в зависимости от требуемой температуры прокаливания, а именно:

- если температура разложения t<200°C, используют сушильный шкаф, навеску кристаллогидрата помещают в стеклянный бюкс;
- если t > 200 °C, навеску помещают в керамический тигель, разложение проводят в муфельной печи.

Для повышения точности определения поставьте три параллельных опыта (возьмите три навески кристаллогидрата).

После нагревания кристаллогидрата в течение 30–40 мин тигли с помощью тигельных щипцов перенесите в эксикатор, закройте эксикатор крышкой и охладите в течение 15–20 мин, после чего взвесьте тигли. Для определения полноты удаления кристаллизационной воды операцию прокаливания повторите.

Результаты опытов занесите в таблицу. Если результаты двух взвешиваний различаются не более чем на 0,01 г, прокаливание можно считать законченным.

Рассчитайте среднее значение массовой доли воды в выданном образце, проверьте эту величину у преподавателя. Выясните у него, кристаллогидрат какого вещества был вам выдан, найдите количество кристаллизационной воды в соединении и проверьте правильность найденной массовой доли воды и формулы исходного кристаллогидрата.

2.4. ОЧИСТКА ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Цель работы

Провести перекристаллизацию веществ, загрязненных примесями галогенидов, сульфатов, солей калия, магния и кальция; проверить очищенный препарат на чистоту химическими и физико-химическими методами анализа.

2.4.1. ХЛОРИД НАТРИЯ

Хлорид натрия NaCl представляет собой белые кубические кристаллы. Он растворим в воде, нерастворим в спирте, при кристаллизации из водных растворов при температуре $10\,^{\circ}\text{C}$ и ниже выпадает кристаллогидрат NaCl· $2\text{H}_2\text{O}$. Содержание основного вещества в реактиве квалификации «ч.», «ч. д. а.» — не менее 99,8 %, «х. ч.» — не менее 99,9 %. Допустимое содержание наиболее распространенных примесей приведено в табл. 5.

Таблица 5. Допустимое содержание примесей в хлориде натрия различной квалификации

Примесь	Допустимое содержание, %			
	ч.	ч. д. а.	х. ч.	
Сульфат-ион	0,01	0,005	0,002	
Кальций	0,01	0,007	0,004	
Магний	0,005	0,003	0,001	
Калий	0,04	0,02	0,0003	
Железо	0,0015	0,001	_	

Ход работы

Первый способ

Растворите 25 г технического хлорида натрия в 100 мл воды. Раствор прокипятите, дайте отстояться и отфильтруйте через фильтр «красная лента», чтобы очистить от механических примесей.

Прозрачный фильтрат подкислите соляной кислотой до слабокислой реакции, нагрейте и добавьте 5 мл 10%-ного раствора хлорида бария для осаждения иона $\mathrm{SO^{2-}_{4}}$. Полученную смесь прокипятите в течение 20 мин, дайте отстояться и отфильтруйте через фильтр «синяя лента».

Для осаждения ионов Ca^{2+} , Mg^{2+} и избытка ионов Ba^{2+} к горячему фильтрату прибавьте 1 мл 10%-ного NaOH и 10 мл 10%-ного Na₂CO₃. Смесь прокипятите, дайте отстояться, проверьте полноту осаждения ионов Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} (в соответствии с приведенными в конце описания работы методиками) и отфильтруйте.

Фильтрат нейтрализуйте раствором соляной кислоты и упарьте до появления кристаллов. Кристаллы отфильтруйте и высушите при 70–80 °С в сушильном шкафу. Высушенные кристаллы должны легко рассыпаться при прикосновении сухой стеклянной палочки и не прилипать к ней. Сухое вещество взвесьте и рассчитайте выход вещества в процентах от теоретического по взятому количеству вещества.

Второй способ

Данный способ очистки вещества основан на том факте, что растворимость электролита, как правило, уменьшается при введении в раствор другого электролита с одноименным ионом. Так, при введении ионов Cl^- в насыщенный раствор хлористого натрия равновесие $NaCl_{тв.} \rightleftharpoons Na^+_{aq} + Cl^-_{aq}$ смещается влево, в результате чего

выпадают кристаллы соли, не содержащие примесей, а добавленный для инициирования процесса осаждения электролит остается в растворе.

Приготовьте насыщенный при 70 °C раствор хлорида натрия. Для этого найдите в Приложении растворимость NaCl, возьмите соответствующую навеску соли и растворите в 100 мл воды. Раствор отфильтруйте в стакан.

Затем для выделения соли аккуратно прилейте к фильтрату концентрированную соляную кислоту объемом 40–60 мл. Наблюдайте образование осадка: хлорид натрия плохо растворим в соляной кислоте и выпадает в виде кристаллов.

Хорошо сформированный осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера и промойте на ней небольшим количеством концентрированной соляной кислоты. Затем быстро промойте осадок небольшим количеством ледяной воды. Перенесите осадок на взвешенную заранее чашку Петри или в бюкс, высушите в сушильном шкафу при 70–80 °С. Высушенные кристаллы должны легко рассыпаться при прикосновении сухой стеклянной палочки и не прилипать к ней.

Взвесьте полученный сухой продукт и определите потери вещества (в % от взятого количества) в ходе эксперимента.

Проверка на чистоту (для обоих способов перекристаллизации)

- 1. Испытание на присутствие свободной соляной кислоты: 0,5 г хлорида натрия растворите в 5 мл воды, добавьте 1–2 капли раствора метилового красного. Раствор должен быть окрашен в оранжево-желтый цвет (промежуточная окраска индикатора). При этих условиях в испытуемой соли присутствует не более 0,002% соляной кислоты.
- 2. Испытание на присутствие сульфат-иона: 0,5 г хлорида натрия растворите в 5 мл воды, добавьте 0,3 мл 2 н. соляной кислоты и 0,5 мл 10%-ного раствора хлорида бария. При этом не должно появляться осадка или мути.
- 3. Испытание на присутствие иона калия: 0,5 г хлорида натрия растворите в 10 мл воды, добавьте к раствору 1 мл $Na_3[Co(NO_2)_6]$ и 10 мл спирта. Муть не должна появляться в течение 5 мин.
- 4. Испытание на присутствие ионов кальция, бария, магния: 0,1 г хлорида натрия растворите в 10 мл воды, затем добавьте 0,4 мл 2 н. раствора соды и 4 капли 2 н. раствора едкого натра, прокипятите в течение 5–6 мин. При рассматривании охлаж-

- денного раствора на черном фоне не должно наблюдаться ни осадка, ни опалесценции.
- 5. Количественный анализ исходной и перекристаллизованной соли методом рентгенофлуоресцентного анализа (факультативно): отберите пробы массой около 1 г исходной соли и полученного при перекристаллизации продукта. С помощью рентгенофлуоресцентного анализатора EDX-800 проверьте присутствие следующих элементов: Cl, K, S, Br, I. В случае обнаружения таковых определите их процентное содержание.

2.4.2. ДИХРОМАТ КАЛИЯ

Дихромат (бихромат) калия $K_2Cr_2O_7$ представляет собой оранжево-красные кристаллы, устойчивые на воздухе. Он растворим в воде, нерастворим в спирте. Является сильным окислителем. Содержание основного вещества в продажном реактиве составляет не менее 99,6 % (квалификация «ч.»), не менее 99,8 % («ч. д. а.») или не менее 99,9 % («х. ч.») (табл. 6).

Таблица 6. Допустимое содержание примесей в бихромате калия различной квалификации

Примесь	Допустимое содержание, %		
	ч.	ч. д. а.	х. ч.
Нерастворимые примеси Хлориды (Cl ⁻) Сульфаты (SO ₄ ²⁻) Кальций (Ca ²⁺) Вещества, осаждаемые аммиаком (Al ³⁺ , Fe ³⁺ и др.)	0,01 0,01 0,05 0,02 0,02	0,003 0,005 0,025 0,01 0,01	0,001 0,002 0,01 0,005 0,002

Ход работы

Навеску технического $K_2Cr_2O_7$ (25–30 г) растворите в 50–70 мл воды при нагревании до 60–65 °C. Раствор отфильтруйте через бумажный фильтр «красная лента» в стакан, помещенный в кристаллизатор с холодной водой.

Выпавшие кристаллы отфильтруйте на воронке Бюхнера под вакуумом. Перенесите осадок на взвешенную заранее чашку Петри или в бюкс и высушите в сушильном шкафу при 60–70 °С. Высушенные кристаллы должны легко рассыпаться при прикосновении сухой стеклянной палочки и не прилипать к ней. Сухое вещество взвесьте и определите потери вещества (в % от взятого количества) в ходе эксперимента.

Проверка на чистоту

- 1. Испытание на присутствие сульфат-иона: 0,8 г дихромата калия растворите в 45 мл воды и отфильтруйте. К фильтрату прибавьте 4 мл 25%-ного раствора HCl, затем 1 мл 10%-ного раствора BaCl₂ и перемешайте. При наблюдении на темном фоне в растворе не должно быть помутнения. Напишите уравнение данной качественной реакции, объясните, с какой целью подкисляют раствор.
- 2. Количественный анализ исходной и перекристаллизованной соли методом рентгенофлуоресцентного анализа (факультативно): отберите пробы массой около 1 г исходной соли и полученного при перекристаллизации продукта. С помощью рентгенофлуоресцентного анализатора EDX-800 проверьте присутствие следующих элементов: Cl, Na, S. В случае обнаружения таковых определите их процентное содержание. Укажите, в составе каких веществ могут присутствовать в препарате эти элементы.

2.4.3. Медный купорос

Пентагидрат сульфата меди (медный купорос) $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ представляет собой кристаллы синего цвета, которые на воздухе несколько выветриваются. Содержание основного вещества в продажном реактиве составляет не менее 98,5% (квалификация «ч.»), не менее 99,0% («ч. д. а.») или не менее 99,5% («х. ч.») (табл. 7). При $110^{\circ}C$ медный купорос переходит в моногидрат $CuSO_4 \cdot H_2O$, а при $258^{\circ}C$ — в безводную соль $CuSO_4$ (белый порошок). Безводная соль поглощает воду, образуя гидрат светло-голубого цвета. Сульфат меди растворим в воде, разбавленном спирте и концентрированной соляной кислоте.

Ход работы

Растворите 15-30 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в рассчитанном объеме дистиллированной воды при нагревании до 60 °C. Нагретый раствор отфильтруйте в стакан через заранее приготовленный фильтр «красная лента».

Фильтрат выпарите в фарфоровой чашке на водяной бане до половины первоначального объема, а затем охладите в кристаллизаторе с холодной водой.

Выделившиеся кристаллы отфильтруйте от маточного раствора на воронке Бюхнера, перенесите на чашку Петри и высушите

в сушильном шкафу при 50 °C. Высушенные кристаллы должны легко рассыпаться при прикосновении сухой стеклянной палочки и не прилипать к ней.

Таблица 7. Допустимое содержание примесей в сульфате меди различной квалификации

П	Допустимое содержание,%			
Примесь	ч.	ч. д. а.	х. ч.	
Нерастворимые в воде				
вещества	0,008	0,004	0,002	
Общий азот	0,008	0,002	0,001	
Хлориды	0,005	0,0005	0,0005	
Железо	0,020	0,005	0,001	
Мышьяк	Не нормируется	0,0005	0,0005	
Неосаждаемые сероводородом вещества (в пересчете на сульфаты)	0,20	0,10	0,05	
Никель	Не нормируется	Не нормируется	0,002	

Взвесьте сухое вещество и определите потери вещества (в % от взятого количества) в ходе эксперимента.

Проверка на чистоту

- 1. Испытание на присутствие хлорид-иона: 0,5 г препарата растворите в 25 мл воды, прибавьте 2 мл HNO_3 (1:3) и 1 мл 0,1 н. раствора $AgNO_3$. Оцените, какое количество хлорид-ионов можно определить данным способом.
- 2. Количественный анализ исходной и перекристаллизованной соли методом рентгенофлуоресцентного анализа (факультативно): отберите пробы исходной соли и полученного при перекристаллизации продукта массой около 1 г каждая. С помощью рентгенофлуоресцентного анализатора EDX-800 проверьте присутствие следующих элементов: Cl, Na, K. В случае обнаружения таковых определите их процентное содержание. Укажите, в составе каких веществ могут присутствовать в препарате эти элементы.

Кроме упомянутых выше солей учащимся могут быть предложены: $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, KCl, $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ и др.

2.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СМЕСИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Цель работы

В выданной сухой смеси могут находиться три вещества из приведенного ниже перечня: оксид цинка, сульфат кальция, карбонат магния, гидрокарбонат натрия, хлорид алюминия, сульфит натрия, нитрат аммония, сульфат магния (набор солей в конкретных индивидуальных задачах может различаться).

Определите состав исходной сухой смеси, используя в качестве реагентов дистиллированную воду, а также водные растворы соляной кислоты и гидроксида натрия.

Ход работы

Первым этапом работы является теоретический анализ взаимодействия каждого индивидуального вещества с водой по данным о растворимости. Переходя к практическому решению задачи, растворите небольшую пробу смеси в дистиллированной воде и установите наличие в ней растворимых и нерастворимых компонентов. Дальнейший анализ смеси зависит от результатов этого исследования.

Вариант А. При растворении исходной смеси солей в воде сухого остатка не остается, что указывает на хорошую растворимость в воде всех компонентов исходной смеси. Для идентификации отдельных компонентов полностью растворите полученную смесь в 50–100 мл дистиллированной воды и проведите реакции проб полученного раствора с кислотой и основанием. По результатам наблюдений (наличие или отсутствие реакций в кислой и щелочной средах) сделайте вывод о составе смеси.

Вариант Б. При растворении исходной смеси солей в воде остается сухой остаток. В этом случае перед проведением дальнейшего исследования:

- полностью растворите все растворимые компоненты смеси в воде путем перемешивания смеси в 50–100 мл дистиллированной воды в течение 3–5 мин;
- отделите сухой остаток от полученного раствора фильтрованием на воронке с бумажным фильтром, тщательно промойте бумажный фильтр с осадком 3–4 порциями дистиллированной воды, после чего смойте осадок с бумажного фильтра в отдельный стакан струей дистиллированной воды;
- проведите исследование фильтрата на наличие растворенных

веществ. Для этого нанесите каплю раствора на стекло и нагрейте до полного испарения жидкости. Отсутствие кристаллов на стекле означает, что все компоненты в исходной сухой смеси нерастворимы в воде. В этом случае дальнейшее исследование проводится только с сухим остатком.

- 1. При наличии растворенных веществ в исходной смеси проведите исследование их свойств. Для этого пробы полученного раствора обработайте растворами кислоты и щелочи. По результатам наблюдений (наличие или отсутствие реакций в кислой и щелочной средах) сделайте вывод о содержании конкретных растворимых солей в полученном фильтрате.
- 2. Проведите исследование свойств нерастворенных веществ. Для этого пробы нерастворившегося осадка в отдельных стаканчиках обработайте растворами кислоты и щелочи. По результатам наблюдений (наличие или отсутствие реакций в кислой и щелочной средах) сделайте вывод о содержании сухого остатка.
- 3. В отдельных случаях при проведении растворения сухой смеси может наблюдаться *химическая реакция*, приводящая к образованию газообразных или нерастворимых продуктов. В такой ситуации можно определить часть веществ в исходной смеси путем анализа возможных реакций в водном растворе между компонентами исходной смеси.
- 4. В отчете о лабораторной работе сформулируйте вывод о содержании исходной смеси: вещество № 1 ..., вещество № 2 ... и т.д.

2.6. ИДЕНТИФИКАЦИЯ РАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ ПО ХАРАКТЕРНЫМ РЕАКЦИЯМ ИОННОГО ОБМЕНА

Качественный анализ — совокупность химических, физико-химических и физических методов, применяемых для обнаружения элементов, радикалов и соединений, входящих в состав анализируемого вещества или смеси веществ.

В качественном анализе используют легко выполнимые, специфичные химические реакции, при которых наблюдается появление или исчезновение характерного окрашивания, выделение или растворение осадка, образование газа. Качественный анализ в водных растворах основан на ионных реакциях и позволяет обнаружить катионы или анионы.

Содержание и цель работы

Вариант 1. В восьми колбах без надписей находятся растворы следующих солей: хлорида алюминия, нитрата свинца(II), сульфата железа(II), сульфита калия, карбоната натрия, сульфида натрия, нитрата бария, нитрата цинка. Требуется, не используя других реактивов, определить содержимое каждой колбы.

Вариант 2. В шести колбах без надписей находятся растворы следующих веществ: бромида калия, иодида калия, хлорида кальция, фторида натрия, нитрата натрия, нитрата кальция. Требуется определить содержимое каждой колбы, используя только один дополнительный реактив.

Ход работы

Первым этапом выполнения задания является составление теоретической таблицы, в которую вносят ожидаемые результаты экспериментов. Для записи ожидаемых результатов удобно изображать предполагаемые результаты наблюдений символами: \uparrow — выделение газа, \downarrow — выпадение осадка. Нужно также регистрировать изменения цвета, наличие запаха или отсутствие видимых изменений.

_	_		_
Пример	шаблона	теоретической	таблины
		.cope.m.iceitom	

	AlCl ₃	Pb(NO ₃) ₂	•••	Zn(NO ₃) ₂
AlCl ₃				
Pb(NO ₃) ₂				
Zn(NO ₃) ₂				

Перед проведением практических опытов рекомендуется показать преподавателю полностью заполненную теоретическую таблицу, в которой представлены ожидаемые результаты экспериментов. При выполнении второго варианта следует, кроме того, указать реагент, который планируется использовать для идентификации веществ.

При проведении практических опытов заполняется экспериментальная таблица, в которую вносят наблюдаемые результаты опытов. На основе сопоставления строк и столбцов экспериментальной и теоретической таблиц определяют содержимое каждой колбы.

Пример шаблона экспериментальной таблицы

	Раствор 1	Раствор 2	•••	Раствор
Раствор 1				
Раствор 2				
Раствор				

Ответ формулируют в отчете о лабораторной работе следующим образом: раствор $1 - \dots$, раствор $2 - \dots$ и т.д.

2.7. ВОДОРОДНЫЙ ПОКАЗАТЕЛЬ

Вода — слабый электролит. В жидком состоянии вода способна к самоионизации: незначительная часть ее молекул распадается на ионы по схеме:

$$H_2O \rightleftharpoons H^+ + OH^-$$
.

При t=22 °C в 1 л воды диссоциирует 10^{-7} моль воды. Соответственно образуется 10^{-7} моль $\rm H^+$ (протонов) и 10^{-7} моль $\rm OH^-$ (гидроксид-ионов).

Обозначим молярную концентрацию ионов H^+ в воде $[H^+]$, а гидроксид-ионов — $[OH^-]$. В чистой воде концентрации ионов равны:

$$[H^+] = [OH^-] = 10^{-7}$$
 моль/л.

Произведение концентраций этих ионов называется ионным произведением воды и обозначается K_W :

$$K_W = [H^+] \cdot [OH^-] = 10^{-14} \text{ моль}^2 / \pi^2 \text{ (при 22 °C)}.$$

Данное произведение остается постоянным и при добавлении к воде небольшого количества какого-либо вещества, в том числе кислоты или основания. При подкислении раствора увеличивается концентрация ионов H^+ , но при этом концентрация ионов OH^- уменьшается. Напротив, если добавить в раствор щелочь, происходит увеличение концентрации ионов OH^- , приводящее к уменьшению концентрации ионов H^+ . Изменение температуры, в свою очередь, существенно влияет на ионное произведение воды, поскольку при нагревании или охлаждении раствора происходит сдвиг равновесия ее диссоциации.

Характеристикой кислотности среды является водородный показатель, **pH**. По определению $pH = -lg[H^+]$, т. е. $[H^+] = 10^{-pH}$.

В нейтральной среде: $[H^+] = [OH^-] = 10^{-7} \text{ моль/л} \Rightarrow pH = 7$.

В кислой среде: $[H^+] > 10^{-7}$ моль/л \Rightarrow pH < 7.

В щелочной среде: $[OH^-] > 10^{-7}$ моль/ $\pi \Rightarrow [H^+] < 10^{-7}$ моль/ $\pi \Rightarrow pH > 7$.

Индикатор — вещество, меняющее свою окраску в зависимости от условий, в которых он находится. *Кислотно-основные индикаторы* изменяют окраску в зависимости от рН раствора вследствие смещения равновесия

$$Ind + H^+ \rightleftharpoons HInd^+$$

в сторону протонированной (увеличение кислотности среды) или депротонированной (уменьшение кислотности среды) формы. Таблица окраски ряда распространенных индикаторов в зависимости от рН раствора приведена в Приложении.

С помощью нескольких индикаторов можно определить значение pH раствора c точностью до единицы. Например, если фенолфтале-ин в растворе остается бесцветным, то значение pH < 8, а если в том же растворе метилоранж приобретает желтую окраску, то pH > 5. Поскольку значение pH исследуемого раствора находится в интервале от 5 до 8, используя *пара*-нитрофенол, можно установить фактическое значение pH c точностью до единицы.

Цели работы

- 1. Научиться определять рН водных растворов, используя кислотно-основные индикаторы.
- 2. Определить рН водных растворов выданных веществ, дать объяснение полученным значениям кислотности.

Ход работы

Опыты с кислотами

- 1. Налейте в пробирку 1 мл раствора азотной кислоты с концентрацией 1 моль/л, добавьте 2–3 капли метилового фиолетового. Сделайте вывод о значении рН данного раствора.
- 2. Разбавьте раствор 1 М азотной кислоты в 10 раз дистиллированной водой, затем разбавьте полученный раствор еще в 10 раз. Определите рН обоих разбавленных растворов с помощью метилового фиолетового.
- 3. Определите pH раствора муравьиной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л: проведите два опыта, используя в одном

- из них метиловый фиолетовый, в другом метилоранж. Объясните, почему рН растворов азотной и муравьиной кислот с одинаковой концентрацией различается.
- 4. Налейте в пробирку несколько миллилитров раствора муравьиной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л, добавьте 2–3 капли метилового оранжевого. К полученному раствору добавьте *такой же объем* раствора формиата натрия с концентрацией 0,1 моль/л. На основании результатов наблюдения сделайте вывод о влиянии добавления одноименных ионов на диссоциацию слабых электролитов.

Опыты с растворами оснований

- 5. Налейте в пробирку 1 мл раствора едкого кали (КОН) с концентрацией 1 моль/л, добавьте 2–3 капли индигокармина. Сделайте вывод о значении рН данного раствора.
- 6. Разбавьте 1 М раствор КОН в 10 раз дистиллированной водой, затем разбавьте полученный раствор еще в 10 раз. Добавьте в оба полученных разбавленных раствора индигокармин, опишите изменение окраски в ходе проведенных экспериментов, определите значение рН данных растворов.
- 7. Определите pH раствора аммиака с концентрацией 1 моль/л: проведите два опыта, используя в одном индикатор индигокармин, в другом ализарин желтый.
- 8. Разбавьте 1 М раствор аммиака в 10 раз дистиллированной водой, затем отберите пробу из полученного раствора и повторно разбавьте дистиллированной водой в 10 раз. Испытайте оба полученных разбавленных раствора ализариновым желтым и фенолфталеином. Дайте объяснение наблюдаемому явлению, рассчитайте рН исходного и разбавленного растворов. Определите, чему равна степень диссоциации гидроксида аммония в исходном и разбавленном растворах.
- 9. Налейте в пробирку несколько миллилитров раствора аммиака с концентрацией 1 моль/л, добавьте индикатор ализарин желтый. К полученному раствору добавьте *такой же объем* раствора хлорида аммония с концентрацией 1 моль/л. На основании результатов наблюдения сделайте вывод о влиянии добавления одноименных ионов на диссоциацию слабых электролитов.
- 10. Определите рН дистиллированной воды, используемой во всех опытах для разбавления растворов и мытья посуды. Дайте объяснение наблюдаемому отклонению рН от значения, характерного для нейтральной среды.

Индивидуальная задача

11. Получите у преподавателя колбу с неизвестным раствором и определите его рН.

2.8. ГИДРОЛИЗ СОЛЕЙ

Гидролизом называется обменная реакция вещества с водой. Чаще всего на практике школьники имеют дело с гидролизом солей — взаимодействием катионов и/или анионов с водой, приводящим к образованию слабых электролитов.

Соли можно поделить на четыре группы в зависимости от их состава.

- 1. Соли, образованные сильным основанием и сильной кислотой (NaCl, K_2SO_4 , $Ba(NO_3)_2$). Ионы, образующиеся при диссоциации данных солей, гидролизу не подвергаются, растворы солей имеют нейтральную реакцию (pH = 7).
- 2. Соли, образованные слабым основанием и сильной кислотой ($ZnCl_2$, $CuSO_4$, $Al(NO_3)_3$). Гидролиз данных солей протекает только по катиону, обратимо; основной стадией гидролиза является первая; раствор имеет кислую реакцию (pH < 7):

$$ZnCl_2 + H_2O \rightleftharpoons ZnOHCl + HCl$$

 $Zn^{2+} + H_2O \rightleftharpoons ZnOH^+ + H^+.$

3. Соли, образованные сильным основанием и слабой кислотой (Na_2CO_3 , Li_2S , K_3PO_4). Гидролиз данных солей протекает только по аниону, обратимо; основной стадией гидролиза является первая; раствор имеет щелочную реакцию (pH > 7):

$$Na_2CO_3 + H_2O \rightleftharpoons NaHCO_3 + NaOH$$

 $CO_3^{2-} + H_2O \rightleftharpoons HCO_3^{-} + OH^{-}.$

4. Соли, образованные слабым основанием и слабой кислотой $(CH_3COONH_4,\ Al_2(CO_3)_3)$. Гидролиз данных солей протекает одновременно и по катиону, и по аниону (совместный гидролиз), приводя к образованию слабой кислоты и слабого основания. Если значения констант диссоциации кислоты и основания различаются незначительно, т.е. кислота и основание почти равны по силе, то раствор близок к нейтральному $(pH \approx 7)$:

$$CH_3COONH_4 + H_2O \rightleftharpoons CH_3COOH + NH_4OH$$

 $CH_3COO^- + NH_4^+ + H_2O \rightleftharpoons CH_3COOH + NH_4OH$.

В тех случаях, когда совместный гидролиз приводит к образованию малорастворимого основания и летучей малорастворимой в воде кислоты, реакция является необратимой:

Al₂(CO₃)₃+3H₂O → 2Al(OH)₃
$$\downarrow$$
+3CO₂↑
2Al³⁺+3CO₃²⁻+3H₂O → 2Al(OH)₃ \downarrow +3CO₂↑.

Цели работы

- 1. С помощью кислотно-осно́вных индикаторов определить рН растворов нескольких солей.
- 2. Провести ряд опытов по взаимодействию различных веществ, дать объяснения наблюдаемым явлениям на основе знаний о процессе гидролиза.

Ход работы

- 1. Определите pH 0,5 M растворов следующих солей: KI, Na_2SO_3 , $(NH_4)_2SO_4$, NaCl, Na_2CO_3 , $Al(NO_3)_3$, $ZnCl_2$, Na_2SiO_3 . Дайте объяснение найденным значениям pH с помощью ионных уравнений реакций.
- 2. Определите pH растворов Na₃PO₄, Na₂HPO₄, NaH₂PO₄, NaHSO₃, NaHCO₃, NaHSO₄ с концентрацией 0,5 моль/л при помощи следующих индикаторов: метилоранжа, *пара*-нитрофенола, фенолфталеина, ализарина желтого и индигокармина. Представьте результаты опытов в виде таблицы, объясните полученный результат с точки зрения возможных процессов диссоциации и гидролиза.
- 3. Поместите кусочек магния в пробирку с раствором сульфата алюминия. Что наблюдается? Дайте объяснение наблюдаемому явлению.
- 4. Поместите кусочек цинка в пробирку с раствором хлорида аммония. Что наблюдается? Дайте объяснение наблюдаемому явлению.
- 5. Подействуйте растворами Na_2CO_3 , $NaHCO_3$, NaOH и NH_4OH на растворы $BaCl_2$, $CuSO_4$, $Al_2(SO_4)_3$. Обратите внимание на цвет и консистенцию осадков и на то, в каких случаях выделяется газ. Составьте уравнения протекающих реакций.
- Налейте в две пробирки по нескольку миллилитров растворов №2CO₃ и № NaHCO₃. Определите рН исходных растворов.
 Затем добавьте в обе пробирки сначала по нескольку капель раствора уксусной кислоты, а затем избыток кислоты.

- Объясните наблюдаемые явления и разницу в протекании реакций с помощью ионных уравнений реакций.
- 7. Смешайте равные объемы растворов гидрофосфата и дигидрофосфата натрия (Na₂HPO₄ и NaH₂PO₄). Определите рН полученного раствора, сравните с результатами измерения рН исходных растворов солей (см. опыт № 2). Дайте объяснение значению рН полученного раствора с помощью ионного уравнения реакции.

Индивидуальная задача

8. Получите у преподавателя задание на приготовление раствора с определенным значением рН, приготовьте его, используя любые выданные для проведения работы растворы. С помощью кислотно-осно́вных индикаторов докажите, что получен раствор с нужным значением рН.

2.9. ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫЕ РЕАКЦИИ В РАСТВОРАХ

Окислительно-восстановительные реакции — реакции, в ходе которых изменяется степень окисления хотя бы одного элемента.

Окислитель — вещество (атом, ион, молекула), которое «присоединяет» электроны. Соответствующий процесс называется восстановлением.

Восстановитель — вещество (атом, ион, молекула), которое «отдает» электроны. Соответствующий процесс называется окислением.

Цель работы

Исследовать свойства типичных окислителей и восстановителей.

Ход работы

ВНИМАНИЕ! В опытах, где это требуется, для подкисления растворов необходимо использовать только разбавленную серную кислоту. Прибавление концентрированной серной кислоты к водным растворам опасно!

1. ВНИМАНИЕ! Опыт выполняется в вытяжном шкафу. Выделяются газообразные продукты с резким запахом! Поместите в три разные пробирки по нескольку кристаллов следующих солей: NaCl, NaBr, NaI. Добавьте в каждую пробирку

- несколько миллилитров концентрированной серной кислоты. Определите по внешнему виду и запаху, какие вещества выделяются в ходе реакций, составьте уравнения протекающих процессов, определите в них коэффициенты методом электронно-ионного баланса.
- 2. ВНИМАНИЕ! Опыт выполняется в вытяжном шкафу. Подействуйте раствором хлорной воды на растворы бромида и иодида калия. После проведения реакции добавьте в каждую пробирку несколько капель четыреххлористого углерода (CCl₄) и встряхните. Установите окраску органической (донной) фазы. Отделите часть окрашенной органической фазы от водного раствора, прибавьте к выделенной пробе органического растворителя избыток хлорной воды и интенсивно встряхните. Объясните наблюдаемые явления с помощью уравнений химических реакций.
- 3. Налейте в три разные пробирки по нескольку миллилитров раствора перманганата калия. В первую пробирку добавьте 1–2 мл раствора разбавленной серной кислоты, во вторую 1–2 мл раствора КОН, раствор в третьей пробирке оставьте нейтральным. Во все три пробирки добавьте раствор сульфита калия и перемешайте. Обратите внимание на изменение окраски растворов сразу после смешения и через несколько минут после начала реакции, объясните наблюдаемые явления с помощью уравнений химических реакций, определите коэффициенты в них методом электронно-ионного баланса.
- 4. В пробирку налейте 2–3 мл 3%-ного раствора перекиси водорода, добавьте 1–2 мл *разбавленной* серной кислоты, затем 1–2 мл раствора перманганата калия. Объясните наблюдаемое явление с помощью уравнения химической реакции.
- 5. В пробирку налейте 2–3 мл 3%-ного раствора перекиси водорода, добавьте 1 каплю раствора перманганата калия. Объясните отличие от результата опыта № 4 с помощью уравнений химических реакций, протекающих в растворе в этом опыте.
- 6. К раствору FeSO₄ добавьте *разбавленную* серную кислоту, затем *несколько капель* раствора перманганата калия. Отметьте окраску раствора, после чего прибавьте раствор иодида калия. Объясните изменение окраски раствора в ходе проведенных опытов.
- 7. К раствору K_2SO_3 добавьте подкисленный *разбавленной* серной кислотой раствор бихромата калия. Объясните, какой химической реакцией обусловлено изменение окраски раствора.

- 8. С раствором нитрита калия проведите следующие опыты:
 - а) добавьте подкисленный 1–2 каплями *разбавленной* серной кислоты раствор иодида калия;
 - б) добавьте подкисленный 1–2 каплями разбавленной серной кислоты раствор сульфата железа(II), а затем раствор роданида (тиоцианата) калия;
 - в) добавьте в раствор 2-3 мл разбавленной серной кислоты;
 - г) добавьте по каплям подкисленный разбавленной серной кислотой раствор перманганата калия.

Объясните наблюдаемые явления с помощью химических реакций.

Индивидуальная задача

В пяти выданных вам колбах могут находиться растворы следующих веществ: KBr, KI, KHSO₃, K₂SO₃, KHSO₄, FeSO₄, KNO₂. Необходимо определить растворенные вещества, содержащиеся в каждой колбе.

Для идентификации можно использовать *только один дополнительный реагент* из числа веществ, с которыми вы имели дело в ходе лабораторной работы.

Методика составления таблиц теоретических и экспериментальных данных, которые потребуются для решения индивидуальной задачи, подробно описана в разделе 2.6, в экспериментальной части лабораторной работы.

2.10. СКОРОСТЬ ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИИ

Скорость химической реакции характеризуют изменением количества одного из реагирующих веществ или продукта реакции в единице объема в единицу времени. Для гомогенных процессов скорость химической реакции обычно выражают через концентрацию вещества:

$$v = \pm 1 / V \cdot [n_2(A) - n_1(A)] / (\tau_2 - \tau_1) = \pm 1 / V \cdot \Delta n(A) / \Delta \tau$$

где v — скорость химической реакции, $n_2(A)$ и $n_1(A)$ — количество вещества A в момент времени τ_2 и τ_1 соответственно, V — объем системы.

При постоянном объеме системы величина $\Delta n(A)/V$ равна $\Delta C(A)$ — изменению молярной концентрации вещества A. В этом случае выражение для скорости химической реакции может быть записано следующим образом:

$$v = \pm \Delta C(A) / \Delta \tau$$
.

Таким образом, скорость химической реакции при постоянном объеме системы — это изменение концентрации одного из реагирующих веществ или продукта в единицу времени.

Скорость химической реакции является положительной величиной, ее можно определять как по накоплению количества продуктов реакции $(n_2(A) > n_1(A), C_2(A) > C_1(A)$; в формуле принимаем знак «+»), так и по количеству расходующегося исходного вещества $(n_2(A) < n_1(A), C_2(A) < C_1(A)$; в формуле принимаем знак «-»).

Скорость химической реакции зависит в первую очередь от следующих факторов:

- 1) от природы реагирующих веществ;
- 2) концентрации реагирующих веществ;
- 3) температуры;
- 4) наличия катализатора/ингибитора;
- 5) площади соприкосновения веществ (для гетерогенных реакций).

Для элементарных стадий химических реакций выполняется закон действующих масс (ЗДМ): скорость элементарной химической реакции пропорциональна произведению концентраций реагентов в степенях, равных стехиометрическим коэффициентам в уравнении реакции.

То есть для элементарной реакции вида

скорость элементарной реакции в соответствии с ЗДМ можно записать как

$$v = k \cdot C(A)^a \cdot C(B)^b$$
,

где ν — скорость реакции, C(A) и C(B) — молярные концентрации реагентов A и B соответственно, a, b — стехиометрические коэффициенты в уравнении реакции, k — коэффициент пропорциональности в ЗДМ, который называют константой скорости химической реакции. Это постоянная величина при заданной температуре, численно равная скорости реакции при концентрациях реагентов, равных 1 моль/л.

Зависимость скорости сложной реакции от концентрации реагентов выражается кинетическим уравнением реакции, которое для многих реакций имеет вид, подобный ЗДМ, но степени, в которые возведены концентрации, отличаются от стехиометрических коэффициентов. Например, для сложной реакции

выражение для скорости может иметь вид:

$$v = k \cdot C(A)^{X} \cdot C(B)^{Y}$$
.

Здесь X и Y — порядки реакции по веществам A и B соответственно (их сумма X+Y — общий порядок реакции). Величины X и Y в случае сложной реакции не обязательно должны совпадать со стехиометрическими коэффициентами в уравнении реакции. Они могут быть целыми или дробными, положительными или отрицательными.

Зависимость скорости реакции от температуры для многих реакций подчиняется правилу Вант-Гоффа: при повышении температуры на каждые 10 градусов скорость реакции увеличивается в 2–4 раза. Это правило можно выразить уравнением

$$v(t_2) / v(t_1) = y^{(t_2 - t_1)/10},$$

где $v(t_2)$ и $v(t_1)$ — скорости реакции при температурах t_2 и t, соответственно, γ —температурный коэффициент скорости реакции, который показывает, во сколько раз изменяется скорость реакции при изменении температуры на 10° .

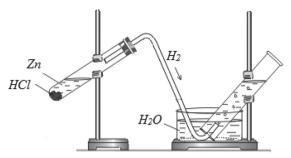
Ход работы

1. Зависимость скорости химической реакции от площади поверхности раздела фаз и от концентрации реагента на примере взаимодействия металла с кислотой

Для измерения объема водорода, выделяющегося в ходе опыта, используют мерный цилиндр, который заполняют водой и устанавливают вверх дном в чашу с водой; в цилиндре при этом не должно быть пузырьков воздуха.

Возьмите кусочек цинка массой 0,2–0,3 г. В пробирку, снабженную пробкой с газоотводной трубкой, налейте через воронку 5 мл 4 н. соляной кислоты. При наклонном положении пробирки поместите взвешенный кусочек металла на стенку пробирки в верхней части, закройте пробирку пробкой, конец газоотводной трубки введите в мерный цилиндр (рис. 6). Стряхните кусочек металла в пробирку и замерьте время, за которое выделяется 15 мл водорода.

Повторите опыт, заменив соляную кислоту на уксусную кислоту той же концентрации. Постарайтесь взять кусочек металла той же массы. Сформулируйте вывод о зависимости скорости данной реакции от силы кислоты.



Puc. 6. Схема установки для получения водорода

Повторите опыт с соляной кислотой, взяв вместо гранулированного цинка равное по массе количество мелко нарубленных гранул цинка. Для проведения опыта поместите кусочки цинка в конвертик из фильтровальной бумаги (конвертик плотно не закрывайте!), который аналогичным образом стряхните в пробирку с кислотой после закрытия пробирки пробкой. Отметьте время, за которое выделяется 15 мл водорода, и сравните это значение с результатом предыдущего опыта. Сформулируйте вывод о влиянии площади поверхности металла на скорость протекания реакции.

Еще раз проделайте опыт с соляной кислотой, заменив цинк на магний. Сделайте вывод о том, какой из двух металлов обладает большей химической активностью.

2. Зависимость скорости реакции от концентрации реагирующих веществ

С помощью бюретки в четыре одинаковые пронумерованные пробирки налейте по 10 мл раствора Na_2SO_3 с концентрацией 0,01 моль/л, подкисленного серной кислотой. Добавьте по 3-4 капли раствора крахмала. В четыре другие пробирки налейте с помощью бюреток раствор иодата калия с концентрацией 0,005 моль/л и воду в следующем порядке:

в первую — 5 мл раствора ${\rm KIO_3+15}$ мл ${\rm H_2O}$, во вторую — 10 мл раствора ${\rm KIO_3+10}$ мл ${\rm H_2O}$, в третью — 15 мл раствора ${\rm KIO_3+5}$ мл ${\rm H_2O}$, в четвертую — 20 мл раствора ${\rm KIO_3}$.

Быстро слейте растворы попарно (раствор сульфита вливать в раствор иодата). После сливания растворов тщательно перемешайте содержимое пробирки, несколько раз перевернув ее. Определите с помощью секундомера время от момента смешения до

появления синего окрашивания (τ). Полученные данные занесите в таблицу.

После окончания опытов постройте графическую зависимость скорости реакции от концентрации иодат-иона в растворе. Укажите тип полученной зависимости (линейная, квадратичная, логарифмическая и т. п.) и оцените порядок реакции по иодат-иону.

3. Определение зависимости скорости реакции от температуры

Для определения зависимости скорости реакции от температуры проведите эксперимент по окислению щавелевой кислоты перманганатом калия в присутствии серной кислоты при разных температурах.

В данной серии опытов в одну пробирку налейте 5 мл 0,0002 н. раствора перманганата калия, в другую — 5 мл 0,25 М раствора щавелевой кислоты и 1 мл 0,1 М раствора серной кислоты. Перед тем как смешать растворы, выдержите обе пробирки не менее 5 мин в водяной бане; температуру растворов определите с помощью термометра, опущенного в нее. Смешайте растворы, засекая момент начала реакции с помощью секундомера. Останавливая секундомер в момент полного обесцвечивания раствора, зафиксируйте время окончания реакции. Для повышения точности измерения рекомендуется использовать в качестве эталона холостую неокрашенную пробу.

Всего проведите три опыта, температура растворов в опытах должна различаться примерно на 10°C и равняться 20, 30 и 40°C. Полученные данные занесите в таблицу.

На основании полученных данных постройте график зависимости скорости реакции от температуры и оцените значение температурного коэффициента скорости химической реакции.

4. Гомогенный катализ

В две пробирки налейте по нескольку капель раствора индигокармина. В одну пробирку добавьте 2 капли 2 н. раствора $FeCl_3$, после чего налейте в обе пробирки по 5 мл 3%-ного раствора перекиси водорода.

Отметьте, в какой пробирке быстрее произойдет исчезновение синей окраски индигокармина (при этом останется слабая желтая окраска растворов, обусловленная гидролизованными ионами железа). Запишите уравнение реакции разложения перекиси водорода. В отчете о лабораторной работе дайте также объяснение, какую роль

в процессе обесцвечивания индигокармина играют пероксид водорода и хлорид железа(III).

5. Автокатализ

Автокатализом называется катализ химической реакции одним из ее продуктов или исходных веществ. Одним из наиболее широко известных примеров автокатализа является реакция окисления щавелевой кислоты перманганатом, протекающая согласно уравнению

$$5H_2C_2O_4 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = 10CO_2 + K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 8H_2O$$
.

Для проведения эксперимента в два стаканчика налейте по 10 мл 0,25 М раствора щавелевой кислоты и по 2 мл 0,1 М серной кислоты. В один стаканчик добавьте 4 мл воды, а в другой — 2 мл воды и 2 мл 0,002 М раствора сульфата марганца. После этого в оба стаканчика добавьте по 1 мл 0,0002 н. раствора перманганата калия и зафиксируйте с помощью секундомера время до обесцвечивания раствора перманганата. Сделайте вывод о том, как влияет присутствие сульфата марганца на скорость обесцвечивания раствора.

6. Гетерогенный катализ

Разложение пероксида водорода. В пробирку налейте 1 мл 3%-ного раствора пероксида водорода и опустите в нее тлеющую лучинку; лучинка не должна касаться жидкости. Затем в эту же пробирку добавьте небольшое количество диоксида марганца и вновь испытайте газ над раствором тлеющей лучинкой.

Результаты наблюдений отразите в отчете; приведите уравнение реакции разложения пероксида водорода, объясните роль диоксида марганца в разложении перекиси водорода.

Сравнительная активность различных катализаторов. В три пробирки налейте по 10 капель индигокармина. В первую пробирку добавьте небольшое количество MnO_2 , во вторую — такое же количество PbO_2 , третью оставьте для сравнительного опыта.

В каждую из пробирок последовательно прилейте по 10 мл 10%-ного раствора пероксида водорода, отмечая каждый раз время, через которое происходит обесцвечивание жидкости. На основании сделанных наблюдений сформулируйте вывод о сравнительной активности катализаторов.

2.11. ХИМИЧЕСКОЕ РАВНОВЕСИЕ

Многие химические реакции обратимы, т.е. при одних и тех же условиях могут в зависимости от соотношения реагентов протекать как в прямом, так и в обратном направлении. Примерами таких реакций являются:

• взаимодействие водорода с железной окалиной при 500– 600 °C:

$$Fe_3O_4 + 4H_2 \rightleftharpoons 3Fe + 4H_2O$$
;

- синтез аммиака: $N_2 + 3H_2 \rightleftharpoons 2NH_3$;
- окисление сернистого газа до серного ангидрида: $2SO_2 + O_2 \rightleftharpoons 2SO_3$.

В приведенных выше случаях в системе одновременно протекают и прямая, и обратная реакции. Когда скорость прямой реакции становится равной скорости обратной реакции, в системе устанавливается химическое равновесие (имейте в виду, что в системе должны протекать и прямая, и обратная реакции, т. е. их скорости не должны быть равны нулю). Состояние химического равновесия сохраняется при неизменности условий сколь угодно долго и характеризуется постоянством концентраций всех участников реакции (равновесные концентрации). Соотношение равновесных концентраций определяется константой химического равновесия.

В общем виде уравнение гомогенной обратимой реакции записывается так:

 $aA + bB \rightleftharpoons cC + dD$ (a, b, c, d — стехиометрические коэффициенты). Константа равновесия данного процесса может быть выражена через равновесные концентрации участников реакции (равновесные концентрации принято обозначать с использованием квадратных скобок) следующим образом:

$$K = [C]^{c}[D]^{d}/([A]^{a}[B]^{b}).$$

Обратите внимание, что в это выражение могут входить концентрации только газообразных или растворенных жидких веществ. Константа равновесия не зависит от концентрации участников реакции, но зависит от температуры. Введение катализатора не изменяет значения константы равновесия, так как он в одинаковой степени ускоряет и прямую, и обратную реакции. Роль катализатора заключается в ускорении достижения системой состояния равновесия.

При изменении условий проведения реакции происходит нарушение состояния химического равновесия, но спустя некоторое время система приходит в новое состояние равновесия в соответствии с изменившимися условиями.

Смещение равновесия в системе происходит в соответствии с *принципом Ле Шателье*: если на систему, находящуюся в устойчивом равновесии, воздействовать извне, изменяя какой-либо из параметров состояния равновесия (температура, давление, концентрация), то в системе усиливаются процессы, направленные на компенсацию внешнего воздействия.

Цель работы

Изучить влияние различных факторов (изменение температуры, концентрации реагентов) на химическое равновесие.

Ход работы

 В стакан емкостью 100 мл налейте 20 мл воды, добавьте пипеткой по одной капле насыщенных растворов FeCl₃ и тиоцианата калия KNCS. Раствор приобретает оранжево-красную окраску вследствие протекания реакции комплексообразования

$$Fe^{3+} + xNCS^- \rightleftharpoons Fe(NCS)_x^{3-x}$$
.

Запишите выражение для константы равновесия этого процесса. Учтите, что в очень разбавленных растворах процесс обычно ограничивается первой ступенью (x=1).

В четыре пробирки поместите по 5 мл полученного раствора. В первую пробирку добавьте 2–3 капли раствора FeCl₃, во вторую — 0,5–1 г кристаллического KCl, в третью — дветри капли раствора KNCS, четвертую пробирку оставьте для сравнения. В каждой пробирке получившийся раствор перемешайте, сравните интенсивность окраски во всех пробирках. На основании принципа Ле Шателье объясните наблюдаемое изменение интенсивности окраски. Обратите внимание, что хлорид-ионы также способны образовывать комплексы с ионом железа(3+).

2. К 3–5 мл 2 н. раствора ацетата натрия CH₃COONа добавьте две-три капли фенолфталеина и нагрейте. При этом будет наблюдаться появление окраски раствора, которая возникает в результате гидролиза соли слабой кислоты

$$CH_3COONa + H_2O \rightleftharpoons CH_3COOH + NaOH - Q.$$

При охлаждении раствора окраска исчезает. Объясните это явление.

- 3. В две пробирки поместите по 1–2 мл раствора FeCl₃, одну из пробирок нагрейте, сравните окраску растворов в пробирках. Горячий раствор охладите до комнатной температуры и вновь сопоставьте интенсивность окраски растворов в двух пробирках. Объясните, каким образом изменение температуры повлияло в данном случае на состояние химического равновесия. Напишите уравнения соответствующих реакций.
- 4. В растворе, содержащем хромат-ионы, существует равновесие:

$$2CrO_4^{2-}$$
 (желтый) + $2H^+ \rightleftharpoons Cr_2O_7^{2-}$ (оранжевый) + H_2O .

В химический стакан налейте 2–3 мл раствора дихромата калия. К нему по каплям добавьте 2 н. раствор NaOH; когда раствор станет желтым, также по каплям добавьте 2 н. раствор серной кислоты до изменения окраски. После этого снова прилейте раствор щелочи. Объясните наблюдаемые изменения окраски раствора при изменении кислотности среды.

5. При взаимодействии иода с крахмалом образуется синее вещество неопределенного состава (соединение включения — иодкрахмальный комплекс). Реакция образования данного вещества экзотермическая.

В две пробирки налейте по 4–5 мл раствора крахмала и добавьте 3–4 капли 0,1 н. раствора иода в 0,5 М растворе КІ до появления синей окраски. Нагрейте одну из пробирок и обратите внимание на изменение окраски раствора. Охладите пробирку водой из-под крана — синее окрашивание появляется снова; объясните наблюдаемое явление.

2.12. ЭЛЕКТРОЛИЗ ВОДНОГО РАСТВОРА СОЛИ МЕДИ

Электролиз — совокупность окислительно-восстановительных процессов, протекающих на электродах при пропускании постоянного электрического тока через раствор или расплав электролита и сопровождающихся выделением вещества на электродах.

В ходе электролиза катионы движутся к отрицательно заряженному электроду (κ анионы — к положительно заряженному электроду (α «A»), где происходит окисление.

Характер протекания электродных процессов при электролизе зависит от многих факторов, важнейшими из которых являются состав электролита, материал электродов и режим электролиза (температура, плотность тока и т.д.). Различают нерастворимые (инертные) и растворимые (активные) электроды. Электрод называют инертным в том случае, когда материал электрода не претерпевает изменений в процессе электролиза. Инертные электроды изготавливают обычно из графита, стеклоуглерода, платины; в процессе электролиза они химически не изменяются, а служат лишь для передачи электронов между электролитом и внешней цепью.

В данной работе используются активные электроды из меди. Материал электрода участвует в процессах окисления-восстановления. В отличие от электролиза с инертными электродами анод будет растворяться с образованием катионов меди, а на катоде будет осаждаться эквивалентное количество металлической меди.

При небольшой силе тока, если анод и катод изготовлены из меди, электролиз из раствора Эттеля (в его состав входят 100 мл H_2O , 20 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, 6 мл C_2H_5OH и 5 г концентрированной H_2SO_4) будет протекать согласно следующим полуреакциям:

K(-)
$$Cu^{2+} + 2e \rightarrow Cu^{0}$$
,
A(+) $Cu^{0} \rightarrow Cu^{2+} + 2e$.

Процесс электролиза идет в соответствии с *первым законом Фарадея*: масса электролита, вступившего в химическое превращение, а также массы веществ, выделившихся на электродах, прямо пропорциональны количеству протекшего через электролит электричества:

$$m_{\text{Teop.}} = \Im \cdot I \cdot \tau / F$$

где $m_{\text{теор.}}$ — масса электролита или продукта реакции, г; Э — молярная масса эквивалента вещества, г/моль; Э= M / n (М — молярная масса вещества, n — число электронов, участвующих в электрохимической реакции); I — сила тока, А; τ — продолжительность электролиза, c; F = 96 485 Кл/моль — число Фарадея, электрический заряд одного моля элементарных зарядов.

Показателем эффективности электролиза является выход по току η (в%), определяемый как отношение массы вещества, фактически полученной в данных условиях электролиза, $m_{\text{практ.}}$, к массе вещества, теоретически вычисленной на основании закона Фарадея, $m_{\text{теор.}}$:

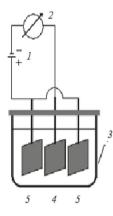
$$\eta = m_{\text{практ.}} / m_{\text{теор.}} \cdot 100 \%$$
.

Цель работы

Провести электролиз раствора медного купороса при разной плотности тока, проверить корректность выполнения закона Фарадея.

Оборудование, необходимое для работы

- 1. Источник питания постоянного тока Б5-50.
- 2. Аналитические весы.
- 3. Секундомер.
- 4. Медные электроды, зачищенные непосредственно перед опытом
- 5. Кулонометр: электролитическая ванна с раствором Эттеля, три медных электрода (рис. 7).



Puc. 7. Установка для проведения электролиза:

1 — стабилизированный источник постоянного тока, 2 — миллиамперметр, 3 — кулонометр, 4 — катод кулонометра, 5 — анод кулонометра

Ход работы

 Медные электроды зачистите шкуркой до блеска, затем ополосните их несколько раз дистиллированной водой. Катод обмакните в бюксе с этиловым спиртом, высушите его потоком воздуха при помощи резиновой груши, взвесьте на аналитических весах (минимум два раза) с точностью до 0,0002 г. Массу (m₁) занесите в таблицу.

ВНИМАНИЕ! Если масса не устанавливается, электроды плохо высушены.

2. Заполните ванну для электролиза раствором Эттеля на ²/₃ объема и поместите в нее электроды. Присоедините элек-

Результаты, полученные в работе

№ опыта	Исходная масса катода m_1 , г	Конечная масса катода <i>т</i> 2, г	$\Delta m = m_2 - m_1$, Γ	Площадь катода S, см ²	Сила тока <i>I</i> , м.А	Плотность тока j, мA/см²	Время опыта т, с	т _{геор.} (Си), г	Выход по току $\eta,\%$

троды к источнику постоянного тока, соблюдая требуемую полярность: катод «-», анод «+». Обратите внимание, что в используемой ячейке два крайних медных электрода служат единым растворимым анодом (они обеспечивают двухстороннюю равномерность покрытия катода); соответственно, их нужно соединить между собой дополнительным коротким проводом (рис. 7). С помощью сотрудников практикума на источнике постоянного тока задайте определенное значение силы тока I (мА). Значение силы тока в опыте внесите в таблицу.

- 3. Включите одновременно источник питания постоянного тока и секундомер (под наблюдением сотрудника практикума). Время проведения электролиза составляет 30 мин. По окончании электролиза одновременно выключите источник тока и секундомер, занесите время электролиза в таблицу с точностью до секунды.
- 4. Катод выньте из ванны, тщательно ополосните дистиллированной водой, ополосните этиловым спиртом, высушите потоком воздуха при помощи резиновой груши, взвесьте на аналитических весах (минимум два раза) с точностью до 0,0002 г. Массу (m_2) внесите в таблицу. По разности масс катода до и после электролиза (Δm) определите массу меди, выделившейся на катоде в ходе электролиза.
- 5. Проведите еще два опыта по электролизу с другими значениями силы тока для установления зависимости $\eta = f(j)$.
- 6. Определите площадь катода по окончании электролиза S и рассчитайте плотность тока j по уравнению j = I/S, где: S —

площадь катода, см²; I — сила тока, мА; j — плотность тока, мА/см².

Площадь катода определяется двумя способами:

- а) геометрически, при допущении, что электроды имеют форму трапеции;
- 6) весовым методом, для чего из плотного картона вырезается фигура, повторяющая форму электрода, и взвешивается; на основании сравнения с массой фигуры, имеющей известную площадь, определяется площадь электрода.
- 7. Рассчитайте теоретическую массу меди по закону Фарадея. Вычислите выход металла по току и занесите полученное значение в таблицу.

3. ОПИСАНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО СИНТЕЗУ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

3.1. ПОЛУЧЕНИЕ СОЛИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ ОСНОВНОГО ОКСИДА С КИСЛОТОЙ

Цель работы

Получить медный купорос ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) взаимодействием осно́вного оксида с кислотой.

Ход работы

Рассчитайте количества оксида меди(II) и раствора серной кислоты заданной концентрации, которые необходимы для получения 5 г безводного сульфата меди.

В химический стакан объемом 200 мл с помощью мерного цилиндра поместите рассчитанный объем раствора серной кислоты и при нагревании до $70-80\,^{\circ}$ С и непрерывном перемешивании внесите небольшими порциями рассчитанное количество оксида. Рекомендуется брать небольшой (до 5 %) избыток оксида.

Раствор нагрейте почти до кипения и визуально проверьте наличие в нем непрореагировавшего осадка. Если оксид прореагировал полностью, добавьте еще небольшую порцию оксида меди(II).

Горячий раствор отфильтруйте в фарфоровую чашку через бумажный фильтр. Раствор упарьте до обильного выделения кристаллов, охладите на водяной или ледяной бане и удалите жидкость декантацией. Полученные кристаллы промойте небольшим количеством холодной дистиллированной воды и высушите между листами фильтровальной бумаги.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнение реакции получения медного купороса.
- 2. Укажите, для чего при синтезе берется избыток оксида меди(II).

3. Поясните, с какой целью необходимо промывать полученный кристаллический продукт холодной дистиллированной водой.

3.2. ПОЛУЧЕНИЕ ДВОЙНЫХ СОЛЕЙ

Цель работ

Синтезировать двойные соли путем смешивания исходных реагентов с последующей кристаллизацией из раствора.

3.2.1. АЛЮМОКАЛИЕВЫЕ КВАСЦЫ

Алюмокалиевые квасцы $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ — прозрачные бесцветные октаэдрические кристаллы, плохо растворимые в холодной воде, хорошо — в горячей. При $120\,^{\circ}$ С теряют кристаллизационную воду, превращаясь в белый порошок.

Ход работы

Навеску 4 г сульфата алюминия $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ растворите в 10 мл горячей воды. Количество сульфата калия, необходимого для синтеза, рассчитайте по уравнению реакции

$$Al_2(SO_4)_3 + K_2SO_4 + 24H_2O = 2KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$$
.

Сульфат калия растворите в небольшом количестве горячей воды (2–3 мл). Объедините оба раствора в фарфоровой чашке, перемешайте и нагрейте на водяной бане до начала кристаллизации. После охлаждения и завершения кристаллизации маточный раствор слейте, кристаллы квасцов отфильтруйте на фильтре Шотта, высущите между листами фильтровальной бумаги, перенесите в бюкс и взвесьте.

3.2.2. ХРОМОАММОНИЙНЫЕ КВАСЦЫ

Хромоаммонийные квасцы $NH_4Cr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ — октаэдрические кристаллы черно-фиолетового цвета или фиолетовый порошок. Водный раствор соли имеет сине-фиолетовый цвет, при нагревании до $70-80\,^{\circ}C$ — зеленый. При $100\,^{\circ}C$ соль плавится, при $300\,^{\circ}C$ полностью обезвоживается, теряя кристаллизационную воду и превращаясь в белый порошок.

Ход работы

Навеску 5 г сульфата хрома(III) $Cr_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ растворите в 10 мл горячей воды. Количество сульфата аммония, необходимое для синтеза, рассчитайте по уравнению реакции

$$Cr_2(SO_4)_3 + (NH_4)_2SO_4 + 24H_2O = 2NH_4Cr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O.$$

Сульфат аммония растворите в небольшом количестве горячей воды (2–3 мл). Оба раствора слейте в фарфоровую чашку, перемешайте и оставьте на некоторое время. Если количественные соотношения строго выполнены, наблюдается образование кристаллов квасцов.

Кристаллы квасцов отфильтруйте на фильтре Шотта, высушите между листами фильтровальной бумаги, перенесите в бюкс и взвесьте.

3.2.3. ГЕКСАГИДРАТ СУЛЬФАТА АММОНИЯ-НИКЕЛЯ(II)

Гексагидрат сульфата аммония-никеля(II) $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ — кристаллы сине-зеленого цвета, нерастворимые в насыщенном растворе сульфата аммония, хорошо растворимые в горячей воде, ограниченно — в холодной, устойчивые на воздухе.

Ход работы

Навеску 14 г гептагидрата сульфата никеля $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ растворите в 30 мл дистиллированной воды. Отдельно приготовьте раствор 7,5 г сульфата аммония в 10 мл воды. Растворы нагрейте, подкислите несколькими каплями 2 н. раствора серной кислоты и слейте в фарфоровую чашку. При охлаждении выпадают кристаллы двойной соли:

$$NiSO_4 + (NH_4)_2SO_4 + 6H_2O = (NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$$
.

Выпавший осадок отфильтруйте на фильтре Шотта, промойте 2–3 порциями по 5 мл холодной дистиллированной воды каждая и высушите на воздухе, затем перенесите в бюкс и взвесьте.

3.2.4. СОЛЬ МОРА

Соль Мора $(NH_4)_2$ Fe $(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ — прозрачные светло-зеленые кристаллы, устойчивые на воздухе; при $100\,^{\circ}$ C теряют кристаллизационную воду, растворимы в воде, нерастворимы в спирте.

Ход работы

Навеску 4 г $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ растворите в 3 мл воды, добавьте 3 мл 2 н. раствора серной кислоты для подавления гидролиза катиона железа (II) и предотвращения его окисления кислородом до железа (III). Количество сульфата аммония, необходимого для синтеза, рассчитайте по уравнению реакции

$$(NH_4)_2SO_4 + FeSO_4 + 6H_2O = (NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$$
.

Сульфат аммония растворите в небольшом количестве воды (2–3 мл). Оба раствора нагрейте до 60–70 °С и слейте в фарфоровую чашку. После охлаждения поместите в раствор затравку (кристаллик соли Мора), накройте чашку бумагой и оставьте на несколько дней. Полученные кристаллы отфильтруйте на фильтре Шотта, высушите между листами фильтровальной бумаги, перенесите в бюкс и взвесьте.

3.3. СИНТЕЗ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

Цель работ

Отработка навыков проведения химического синтеза, получение неорганических веществ в соответствии с приведенными методиками и их идентификация с помощью химических и физико-химических методов.

3.3.1. КИСЛОРОД O₂

Кислород можно получить целым рядом способов. Наиболее удобными в лабораторной практике методами являются разложение перманганата калия и разложение перекиси водорода. Ниже приводится описание обоих способов получения газа.

Ход работы

Метод А. Навеску перманганата калия массой около 10 г поместите в пробирку с газоотводной трубкой или в колбу Вюрца, закрытую резиновой пробкой. Нагрейте сосуд примерно до 250 °С — температуры начала разложения перманганата калия. Выделяющийся газ соберите в колбу, после окончания опыта плотно закройте ее. На железной ложечке внесите в пламя спиртовки или газовой горелки порошок серы; когда сера загорится, опустите ложечку в колбу с кислородом.

Метод Б. В колбу Вюрца поместите небольшое количество диоксида марганца и прилейте посредством капельной воронки раствор, полученный смешением 20 мл 3%-ной перекиси водорода и 3 мл концентрированной серной кислоты (смешивание проводите при охлаждении!). Соберите кислород в колбу и проведите испытание, аналогичное описанному в предыдущем опыте.

Контрольные задания

- 1. Укажите, для чего требуется охлаждать сосуд при смешении перекиси водорода и серной кислоты.
- 2. Объясните, чем обусловлены наблюдаемые изменения в реакции горения серы.

3.3.2. ВОДОРОД H₂

Ход работы

Поместите в мерный цилиндр объемом 1 л скомканную алюминиевую фольгу и прилейте к ней раствор щелочи. Наденьте на цилиндр резиновую перчатку. После заполнения перчатки водородом можете его поджечь горящей лучинкой.

Контрольные задания

- 1. Укажите, какие еще лабораторные способы получения водорода вам известны.
- 2. Водород нередко получают взаимодействием металла с кислотой. Обоснуйте, в каком случае получается более чистый продукт: при получении водорода взаимодействием цинка с соляной кислотой или согласно приведенному выше способу.
- 3. Объясните, почему полученный в ходе опыта водород не взрывается при контакте с воздухом.

3.3.3. A3OT N₂

Ход работы

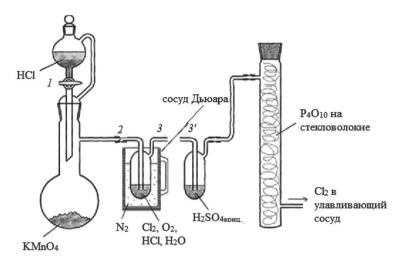
В колбу Вюрца налейте концентрированный водный раствор сульфата аммония, содержащий 20 г соли. Нагрейте колбу на водяной бане. Продолжая нагрев, добавьте к раствору с помощью капельной воронки по каплям насыщенный раствор, содержащий 20 г нитрита натрия. Соберите выделяющийся газ в контейнер для газов.

Контрольное задание

Укажите, какие примеси могут содержаться в полученном продукте и каково их возможное происхождение.

3.3.4. XЛОР Cl₂

Хлор Cl_2 — желто-зеленый газ с резким запахом, тяжелее воздуха, чрезвычайно ядовит (оказывает удушающее действие). ВНИМА-НИЕ! Все работы с ним выполняются в вытяжном шкафу! Получают хлор в установке, изображенной на рис. 8.



Puc. 8. Схема установки для получения и очистки хлора [Алёшин и др., 2004, с. 84] (обозначения пояснены ниже в тексте)

Ход работы

В колбу Вюрца помещают КМпО₄, заполняют капельную воронку рассчитанным количеством концентрированной соляной кислоты, сосуд Дьюара заполняют жидким азотом. ВНИМАНИЕ! При заполнении стеклянного сосуда Дьюара жидким азотом необходимо надеть маску! Опасно наклоняться непосредственно над стеклянным сосудом Дьюара, а также попадать струей жидкого азота на его край. Лучше заполнять его через воронку из картона или иного подобного материала. Заполненный сосуд Дьюара должен содержать примерно ²/₃ жидкого азота по объему.

Собрав систему, постепенно приливают из капельной воронки концентрированную соляную кислоту к перманганату калия.

Вначале реакция идет очень бурно, так как ${\rm KMnO_4-}$ активный окислитель. Поэтому выделяющийся хлор в это время несет с собой значительное количество газообразных веществ (HCl, ${\rm O_2, H_2O}$), а также соединений марганца. Одним из способов очистки хлора от этих примесей является замораживание выделяющегося газа. Ловушку в сосуд Дьюара следует опускать плавно и только после того, как начнется реакция с выделением хлора. Быстрое опускание может привести к вскипанию и разбрызгиванию жидкого азота. Когда в колбе Вюрца закончится выделение хлора, необходимо закрыть кран 1 и зажать сочленение 2 зажимом Кохера, отсоединить ловушку от колбы Вюрца (шланг от колбы Вюрца переместить в сосуд с водой или раствором щелочи для поглощения остатков газообразного хлора). Выход 3 остается при этом открытым на воздух.

В этот момент ловушка содержит смесь газов в замороженном состоянии. Для удаления примесей ловушку следует согреть теплом рук, вынув из сосуда Дьюара и обернув в сухую тряпку. ВНИМА-**НИЕ!** Ловушка очень холодная! В этот момент из выхода 3 «улетят» хлороводород и кислород, так как температура кипения у них ниже температуры кипения хлора (табл. 8). Обратите внимание на момент активного испарения примесей и удаления их из продукта. Согревать хлор необходимо до перехода его в жидкое состояние. Окончание процесса испарения примесей видно по «успокоению» жидкости в ловушке. Когда в сосуде останется только хлор, скорость его испарения можно уменьшить, опустив на некоторое время сосуд обратно в жидкий азот. После этого ловушку с жидким хлором надо присоединить к системе осушки, соединив выход 3 с входом 3′. Газ должен пройти последовательно через барботер с концентрированной серной кислотой и колонки, заполненные оксидом фосфора на стекловолокне.

Таблица 8. **Температуры плавления** и кипения газов

Вещество	t _{пл.} ,°С	t _{кип.} ,°С
N ₂	-210	-195,8
O ₂	-218,4	-182
HCl	-114,2	-85
Cl ₂	-101	-34,1

Заполните полученным хлором плоскодонную колбу и внесите в нее раскаленную в пламени горелки железную проволоку. Отметь-

те наблюдаемые явления. Полученное вещество растворите в воде и проведите опыт, доказывающий наличие в растворе хлорид-ионов.

Качество очистки полученного газообразного продукта реакции от компонентов воздуха и водяного пара можно проконтролировать методом ИК-спектроскопии. В этом случае осушенный хлор собирают в полимерный контейнер для сбора газов. Контейнер заполняют хлором, стравливают его (операция осуществляется для промывки контейнера) и заполняют вторично. Сам хлор не дает сигналов в ИК-спектре, в то время как пары воды проявляются в нем очень отчетливо.

Контрольные задания

- 1. Перечислите все известные вам лабораторные способы получения хлора.
- 2. Укажите, с помощью каких реакций можно обнаружить даже следовые количества хлора в газовой смеси.

3.3.5. МОНООКСИД УГЛЕРОДА СО (УГАРНЫЙ ГАЗ)

Монооксид углерода СО — бесцветный газ, не имеющий запаха, чрезвычайно ядовитый. **ВНИМАНИЕ! Все работы с ним выполняются в вытяжном шкафу!**

Монооксид углерода можно получить с помощью реакции разложения щавелевой кислоты в присутствии концентрированной серной кислоты при нагревании:

$$H_2C_2O_4 \rightarrow CO + CO_2 + H_2O$$
.

Ход работы

Собирают установку, изображенную на рис. 9, соединяя ее элементы резиновыми шлангами. Во избежание срыва шлангов током выделяющегося в реакции газа их следует надевать, ничем не смазывая. В колбу Вюрца вносят 50 г $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ и 130 мл концентрированной серной кислоты. Колбу медленно нагревают на газовой горелке до начала активного выделения газа, после чего горелку убирают, так как реакция в дальнейшем самоподдерживается без нагрева.

Выделяющаяся смесь газов содержит CO, CO₂, H₂O, а также N₂ и O₂ из остававшегося в колбе воздуха. Для очистки от CO₂ получаемый газообразный продукт последовательно пропускают через две склянки Дрекселя, заполненные не более чем на 2 /3 30%-ным

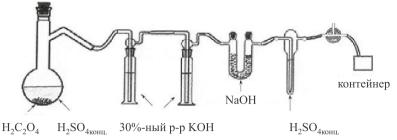


Рис. 9. Схема установки для получения и очистки угарного газа

раствором КОН, и U-образную трубку, в которую засыпан твердый гранулированный NaOH. Затем очищенную от CO_2 газовую смесь пропускают через барботер, содержащий концентрированную серную кислоту (примерно до половины объема).

Для удаления остатков воздуха из системы газ пропускают через нее в течение 5 мин. При этом трехходовой газовый кран должен быть установлен на выпуск газообразного продукта реакции в атмосферу. После удаления остатков воздуха из системы кран переключают в положение, позволяющее заполнить контейнер для сбора газообразного продукта реакции. После наполнения контейнера вновь переключают кран в положение на выпуск газа в атмосферу.

Качество очистки полученного газообразного продукта реакции от компонентов воздуха и углекислого газа можно проконтролировать газохроматографическим методом и методом ИКспектроскопии.

Контрольные задания

- 1. Предложите реакцию, позволяющую подтвердить наличие угарного газа в газовоздушной смеси. Объясните, каким образом с помощью данной реакции можно количественно определить содержание СО.
- 2. Разъясните, как проводится контроль состава выхлопных газов автомобиля.

3.3.6. ЗАКИСЬ АЗОТА №0 («ВЕСЕЛЯЩИЙ ГАЗ»)

Закись азота — бесцветный газ со слабым сладковатым запахом и вкусом. Она растворима в воде и еще лучше — в этиловом спирте. При нагревании свыше $500\,^{\circ}\mathrm{C}\ N_2\mathrm{O}$ разлагается, поэтому в сухом газе тлеющая лучинка горит ярким пламенем. Вдыхание $N_2\mathrm{O}$ вызывает

шум в ушах и потерю сознания. Эти явления быстро проходят на свежем воздухе. Вдыхание разбавленной воздухом N_2O в течение нескольких минут вызывает состояние опьянения.

Закись азота удобнее всего получать из нитрата аммония путем нагревания сухого реактива при температуре около 200 °C:

$$NH_4NO_3 = N_2O + 2H_2O$$
.

Ход работы

Для проведения реакции в колбу Вюрца помещают около 5 г нитрата аммония (из 4 г соли получается около 1 л газа) и закрывают резиновой пробкой. Резиновыми шлангами соединяют отвод колбы с промывными склянками и сосудом для сбора газа. Колбу закрепляют над колбонагревателем. При отсутствии колбонагревателя колбу закрепляют на штативе и осторожно нагревают небольшим пламенем в верхней части пламени газовой горелки. При 170°С соль плавится, а при нагревании свыше 190°С разлагается. Не следует нагревать колбу выше 200–220°С, так как при перегреве может произойти бурное разложение соли и, кроме того, может образоваться NO₂. По этой же причине нагревание прекращают прежде, чем разложится вся соль.

Для очистки от примеси NO и, возможно, Cl_2 (если исходная соль содержала NH_4Cl) газ пропускают последовательно через промывные склянки с 20%-ным раствором KOH и 10%-ным раствором FeSO₄, а для осушки — через склянку с концентрированной H_2SO_4 . Газ собирают в газометре, заполненном насыщенным раствором поваренной соли либо теплой водой, камере для отбора проб газа или в любом подходящем сосуде.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнение реакции разложения нитрата аммония.
- 2. Заполните пробирку закисью азота (не забудьте, что этот газ тяжелее воздуха) и внесите в нее тлеющую лучинку. Объясните происходящее.

3.3.7. МОНООКСИД АЗОТА NO

Ход работы

В колбу Вюрца поместите порошок меди и из капельной воронки медленно (по каплям) прилейте 30 мл азотной кислоты плотностью 1,10–1,15 г/мл. Чтобы избежать заметного повышения температуры, приводящего к образованию других продуктов восстановления

азотной кислоты, колбу поместите в кристаллизатор с холодной водой. Выделяющийся газ пропустите через U-образную трубку, заполненную твердой щелочью, и соберите в газовый контейнер или иной подходящий сосуд.

В сосуд с газом внесите горящую серу. Затем проделайте то же самое с тлеющим углем. Объясните причину различного поведения этих веществ в атмосфере NO. Пропустите выделяющийся газ через раствор двухвалентного железа и наблюдайте образование темно-бурого нитрозосульфата. Нагрейте пробирку с нитрозосульфатом в пламени горелки и наблюдайте его разложение. Подобные же непрочные соединения монооксид азота образует и с растворенным в концентрированной серной кислоте сульфатом меди, а также с раствором хлорида меди в спирте.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнения всех проводимых реакций.
- 2. Объясните, почему образующиеся газообразные продукты окрашены.
- 3. Предложите способ очистки монооксида азота от примеси диоксида.

3.3.8. ДИОКСИД АЗОТА NO₂

Ход работы

Просушите в фарфоровой чашке при перемешивании и температуре около 100 °C 10–20 г нитрата свинца и охладите его в эксикаторе. После этого смешайте его с предварительно просушенным песком в соотношении 1:1 и разотрите в ступке до получения однородной смеси. Смесь поместите в колбу Вюрца, горлышко которой плотно закройте пробкой.

Отвод колбы соедините шлангом с приемником — газовой ловушкой. Колбу Вюрца осторожно нагрейте на небольшом пламени газовой горелки. После того как начнется выделение газа, опустите ловушку в сосуд Дьюара, предварительно заполненный жидким азотом, или в емкость с охлаждающей смесью лед — соль. ВНИМА-НИЕ! При заполнении стеклянного сосуда Дьюара жидким азотом следует надеть маску! Опасно наклоняться непосредственно над стеклянным сосудом Дьюара, а также попадать струей жидкого азота на край сосуда. Лучше заполнять его через воронку из картона или иного подобного материала. Заполненный сосуд Дьюара должен содержать примерно 2/3 жидкого азота по объему. Ловушку в сосуд

Дьюара следует опускать плавно и только после того, как начнется реакция с выделением газа. Отметьте цвет газа, выделяющегося из нитрата свинца, и цвет конденсата в газовой ловушке.

После окончания реакции охладите колбу Вюрца и залейте спекшийся остаток концентрированной азотной кислотой. Очистку колбы можно начинать после практически полного растворения твердого пека.

После прекращения выделения окислов азота из колбы Вюрца отсоедините ловушку, выньте ее из сосуда Дьюара или охлаждающей смеси и установите на стол на подставку. ВНИМАНИЕ! Ловушка может быть очень холодной! Дождитесь, когда она нагреется и диоксид азота начнет испаряться. Соберите выделяющийся газ в подходящий сосуд и исследуйте его окислительные свойства, внеся в газ горящую лучинку.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнение проводимой реакции.
- 2. Объясните, почему изменяется цвет образующихся газообразных продуктов при охлаждении.
- 3. Медленно пропустите ток газа через раствор щелочи. Затем подкислите полученный раствор концентрированной соляной кислотой. Запишите уравнения протекающих реакций.

3.3.9. ТРИХЛОРИД ИОДА ІСІ₃

Иод при взаимодействии с хлором образует (в зависимости от соотношения реагентов) два соединения — монохлорид или трихлорид. Монохлорид иода (ICl) — вещество красного цвета с резким запахом. Он имеет две кристаллические модификации: устойчивую α -модификацию с температурой плавления $27,7\,^{\circ}$ С, кристаллизующуюся в виде рубиново-красных игл, и неустойчивую β -модификацию с температурой плавления $13,9\,^{\circ}$ С, образующую красно-коричневые пластинки. Трихлорид иода (ICl $_3$) — вещество желтого цвета, при комнатной температуре твердое. В кристаллическом состоянии трихлорид димеризуется (через мостиковые атомы хлора), $t_{\text{пл.}} = 101\,^{\circ}$ С (при повышенном давлении), $t_{\text{кип.}} = 64\,^{\circ}$ С (с разложением). Оба соединения являются сильными окислителями, раздражающе действуют на кожу.

Ход работы

В данной работе предлагается получить трихлорид иода взаимодействием простых веществ

$$I_2 + 3Cl_2 = 2ICl_3$$
.

Возьмите около 5–10 г порошкообразного иода и поместите его в круглодонную реакционную колбу объемом 0,5 л.

Взятое в двукратном избытке относительно уравнения реакции

$$2KMnO_4 + 16HCl_{KOHII} = 5Cl_2 + 2MnCl_2 + 2KCl + 8H_2O$$

количество перманганата калия поместите в колбу Вюрца, влейте в капельную воронку избыток соляной кислоты. ВНИМАНИЕ! Опыт следует проводить в вытяжном шкафу! Боковой отвод колбы Вюрца соедините резиновым шлангом с барботером, заполненным на ¹/3-¹/2 концентрированной серной кислотой. Второй отвод барботера соедините с реакционной колбой, снабженной стеклянной пробкой с газоподводящей (почти достигающей дна) и газоотводной трубками. Поместите реакционную колбу в колбонагреватель и умеренно подогрейте до начала возгонки иода. Параллельно с этим начните добавлять по каплям соляную кислоту к перманганату калия. Отметьте сначала образование монохлорида иода в виде бурых паров и темной жидкости на дне колбы и последующее образование трихлорида в виде желтого налета на холодных стенках реакционного сосуда.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнения протекающих реакций.
- 2. Укажите, что происходит при взаимодействии монохлорида и трихлорида иода с водой.
- 3. Предложите реакцию, иллюстрирующую окислительные свойства монохлорида иода.
- 4. Поместите в пробирку небольшое количество трихлорида иода и нагрейте его. Напишите уравнение протекающей реакции.

3.3.10. СУЛЬФИД СВИНЦА PbS

Сульфид свинца (свинцовый блеск) — кристаллическое соединение с окраской от сине-серой до серебристо-серой. Он нерастворим в воде, щелочах и разбавленных кислотах (кроме азотной).

Ход работы

Приготовьте растворы NaOH (21 г NaOH в 60 мл воды) и тиокарбамида NH_2 —CS— NH_2 (1,7 г в 100 мл воды). Поместите в стакан емкостью 500 мл 7,5 г ацетата свинца(II) в 100 мл воды и при перемешивании на магнитной мешалке добавьте небольшими порциями приготовленный раствор NaOH до растворения первоначально выпавшего осадка.

К полученному раствору прилейте приготовленный раствор тиокарбамида. Реакционную смесь прокипятите в течение 10 мин на газовой горелке. Выпавший осадок черного цвета охладите в кристаллизаторе с холодной водой или со льдом.

Отфильтруйте полученный сульфид свинца и промойте водой до отсутствия щелочной реакции промывных вод (контроль с помощью универсальной индикаторной бумаги).

Полученное вещество перенесите на чашку Петри, высушите в сушильном шкафу при температуре 80°C, поместите в бюкс и взвесьте.

Для идентификации полученного вещества можно выполнить рентгенофазовый анализ препарата.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнения всех реакций.
- 2. Рассчитайте выход продукта (в % по отношению к исходному количеству ацетата свинца(II)).
- 3. Проведите реакции твердого PbS с растворами окислителей. Опишите наблюдаемые явления и напишите уравнения реакций.

3.3.11. МОНОХЛОРИД МЕДИ CuCl

Монохлорид меди — белый (или слегка зеленоватый вследствие окисления на воздухе) порошок, практически нерастворимый в воде, но хорошо растворимый в соляной кислоте и в водных растворах хлоридов щелочных металлов.

Ход работы

Растворите 6,0 г CuSO $_4\cdot$ 5H $_2$ O и 12,0 г NaCl в 50 мл воды при 70 °C. Добавьте к смеси 6,0 г порошка меди. Прокипятите смесь в течение 20 мин.

Раствор отфильтруйте в колбу Бунзена, содержащую 125 мл воды и 0,5 мл соляной кислоты (плотность 1,19 г/мл). Выдержите полученную смесь в течение одного часа, отфильтруйте осадок через стеклянный фильтр, промойте его ледяной уксусной кислотой. Продукт поместите тонким слоем в чашку Петри и высушите в сушильном шкафу при температуре 60–80 °С, взвесьте и определите выход. Небольшую часть препарата растворите в соляной кислоте, а оставшуюся часть поместите в бюкс.

С раствором монохлорида меди в соляной кислоте проделайте следующие манипуляции:

- к части раствора добавьте избыток раствора щелочи;
- разбавьте часть раствора водой, затем добавьте избыток аммиака:
- небольшое количество раствора вылейте в фарфоровую чашку или на часовое стекло и наблюдайте за изменением окраски во времени.

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнение реакции получения монохлорида меди.
- 2. Объясните наблюдаемые при проведении вышеуказанных манипуляций эффекты. Запишите уравнения соответствующих реакций.
- 3. Укажите, с помощью каких реакций можно доказать, что полученное вещество действительно является монохлоридом меди.
- 4. Перечислите восстановители, которые, по вашему мнению, можно использовать для получения данного вещества.

3.3.12. БЕРТОЛЕТОВА СОЛЬ КСЮ₃

Бертолетова соль (хлорат калия) — бесцветные блестящие кристаллы, плохо растворимые в холодной воде; разлагаются при нагревании до 400°С; обладают сильными окислительными свойствами.

Ход работы

Приготовьте в стаканчике примерно 20 мл 50%-ного раствора КОН, поместите его на электроплитку, доведите до температуры $\approx 100\,^{\circ}\text{C}$ и, поддерживая эту температуру, пропустите через нагретый раствор ток Cl_2 .

Хлор получите взаимодействием перманганата калия с концентрированной соляной кислотой. Для этого поместите в колбу Вюрца

примерно 20 г $\rm KMnO_4$ и при помощи капельной воронки по каплям прибавьте рассчитанное с учетом 10%-ного избытка количество 36%-ной HCl.

На песчаной бане нагрейте воду и по мере выкипания раствора КОН смывайте образующуюся соль небольшими порциями воды.

Полученный состав охладите в кристаллизаторе (вода со льдом). Выделившиеся кристаллы хлората калия отфильтруйте на фильтре Шотта и промойте 2–3 раза охлажденной до 2–3 °С дистиллированной водой (порции примерно по 3 мл) до появления блестящих кристаллов бертолетовой соли.

Высушите полученный препарат в сушильном шкафу при температуре 40–50°C (при открытой дверце шкафа!)

Контрольные задания

- 1. Напишите уравнения протекающих реакций.
- 2. Проведите реакции, доказывающие сильные окислительные свойства бертолетовой соли. Напишите уравнения этих реакций.

3.3.13. КРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ ГИДРОКСИД АЛЮМИНИЯ $AI(OH)_3$

Ход работы

Растворите 10 г $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ в 15 мл воды. Раствор нагрейте до 70–80 °C и влейте тонкой струей при перемешивании в горячий раствор, содержащий 6,3 г NaOH в 15 мл воды. Выдержите раствор при 70–80 °C в течение 20–30 мин и отфильтруйте через бумажный фильтр «красная лента». Остаток на фильтре промойте 10 мл горячей воды, присоединяя промывные воды к фильтрату.

Через горячий (70–80 °C) раствор пропускайте в течение получаса ток углекислого газа, полученного взаимодействием соляной кислоты с карбонатом кальция в колбе Вюрца, снабженной капельной воронкой. Выпавший осадок отфильтруйте и высушите в сушильном шкафу при температуре 100 °C.

Для идентификации полученного соединения можно исследовать его методом дифференциальной сканирующей калориметрии.

- 1. Напишите уравнения протекающих реакций.
- 2. Убедитесь в амфотерности полученного препарата.

3.3.14. XPOMAT БАРИЯ ВаСrO₄

Ход работы

В термостойком стакане объемом 400–600 мл приготовьте раствор щелочи из 20 г NaOH и 60 мл воды. При приготовлении раствора щелочи следует соблюдать осторожность, так как он сильно разогревается. В стакан с щелочным раствором всыпьте $10 \, \mathrm{r} \, \mathrm{CrCl}_3 \cdot 6 \, \mathrm{H}_2 \mathrm{O}$ и поставьте его на магнитную мешалку. Если по прошествии длительного времени CrCl_3 полностью не растворится, добавьте еще немного концентрированного раствора щелочи. После полного растворения осадка к раствору при постоянном перемешивании добавляйте небольшими порциями 30%-ную $\mathrm{H}_2\mathrm{O}_2$. Делать это следует очень осторожно, поскольку перекись водорода может частично разлагаться, что приводит к сильному пенообразованию и расплескиванию раствора. Цвет раствора при этом будет меняться с зеленого на грязно-коричневый и далее на грязновато-оранжевый.

Когда цвет раствора престанет изменяться, прекратите добавление перекиси и оставьте раствор перемешиваться на магнитной мешалке (при нагревании для разложения избытка перекиси) в течение 30 мин. Тем временем приготовьте раствор $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ в 100 мл воды. Хлорид бария следует брать в мольном соотношении 1:1 в расчете на начальное количество хлорида хрома. Смешайте растворы хромата натрия и хлорида бария при интенсивном перемешивании, после чего оставьте получившийся осадок остывать в течение 20–30 мин под маточным раствором. Затем отфильтруйте получившийся осадок на воронке Бюхнера, промойте его теплой водой до нейтральной реакции фильтрата по фенолфталеину. Осадок отожмите на фильтре, перенесите в чашку Петри и высушите в сущильном шкафу при $100\,^{\circ}$ С. Готовый продукт поместите в бюкс.

Изучите полученное вещество методом дифференциальной сканирующей калориметрии.

- 1. Напишите уравнения протекающих реакций.
- 2. Рассчитайте выход продукта (в % по отношению к исходному количеству нитрата хрома).
- 3. Испытайте действие на полученный препарат:
 - А) 2 н. серной кислоты;
 - Б) концентрированной соляной кислоты.
- 4. Поясните, почему для окисления хрома(III) до хрома(VI) перекись водорода следует брать в стехиометрическом количестве, а не в избытке.

3.3.15. ДИГИДРАТ ТРИИОДОПЛЮМБИТА КАЛИЯ $K[Pbl_3] \cdot 2H_2O$

Дигидрат трииодоплюмбита калия — растворимые в воде светло-желтые кристаллы; разлагаются при нагревании, при действии кислот и щелочей, а также в разбавленных водных растворах.

Ход работы

Приготовьте в отдельных стаканах растворы соли свинца (4,1 г ацетата свинца или 4,0 г нитрата свинца) в 15 мл воды и 15 г иодида калия в 15 мл воды. Растворы нагрейте и смешайте. Охладите в кристаллизаторе со льдом. Сначала из нагретого раствора выделяются кристаллы иодида свинца, который при дальнейшем охлаждении в присутствии иодида калия переходит в светло-желтый иодоплюмбит калия $K[PbI_3] \cdot 2H_2O$.

Осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера и, не промывая, высушите его между листами фильтровальной бумаги, взвесьте, определите выход продукта.

Нагрейте 1 г полученных кристаллов соли $K[PbI_3] \cdot 2H_2O$ в стеклянном стаканчике. Наблюдайте при этом образование желтого иодида свинца вследствие диссоциации комплексной соли.

Получите иодид свинца в виде «золотого дождя». Для этого растворите одну четвертую часть полученных кристаллов иодоплюмбита калия при кипячении в 0.5 л подкисленной уксусной кислотой воды и оставьте охлаждаться на воздухе, наблюдая за медленным выпадением кристаллов PbI_2 . Оставшийся иодоплюмбит калия поместите в бюкс и сдайте преподавателю.

- 1. Напишите уравнение реакции получения иодоплюмбита калия.
- 2. Поясните, почему этот препарат нельзя сушить при высокой температуре в сушильном шкафу; почему хранить его следует в запаянной пробирке или плотно закрытом бюксе.
- 3. Проделайте реакции, позволяющие подтвердить наличие ионов свинца и иодид-ионов в полученном соединении (осаждение сульфида свинца и окисление иодид-иона до иода).
- 4. Объясните, модификацией какого способа очистки является получение «золотого дождя».

3.3.16. СВИНЦОВЫЕ КРОНЫ PbCrO₄ · nPbSO₄

Свинцовыми кронами называют хроматы или сульфохроматы свинца общего состава $PbCrO_4 \cdot nPbSO_4$ или оксихромат состава $PbCrO_4 \cdot PbO$. В зависимости от состава и от способа получения они могут иметь цвет от желтого до красного (проявление полиморфизма хромата свинца, способного существовать в трех модификациях — ромбической, имеющей лимонный цвет, моноклинной желтого цвета и тетрагональной красного цвета).

Ход работы

Для получения желтого свинцового крона к раствору, содержащему 5,0 г ацетата свинца, по каплям при постоянном перемешивании добавляется раствор, содержащий стехиометрические количества дихромата калия и серной кислоты в соответствии с уравнением

$$3Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O + K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4 =$$

=2PbCrO₄ · PbSO₄ + 2CH₃COOK + 4CH₃COOH + 8H₂O.

Для получения **красного** крона приготовьте 100 мл 0,5 М раствора хромата калия K_2CrO_4 и нагрейте почти до кипения. В другом стакане приготовьте 100 мл 1 М раствора нитрата свинца и прилейте 200 мл 1 М раствора едкого натра. Дайте взвеси отстояться, слейте раствор с осадка. К осадку прилейте 100 мл воды и нагрейте. Нагретый почти до кипения раствор хромата калия быстро вылейте в стакан с нагретым гидроксидом свинца.

Раствору дайте отстояться, слейте с осадка, отфильтруйте и промойте. Осадок сушите при комнатной температуре.

Для получения *оранжевого* крона нагрейте раствор, содержащий $5.0~\mathrm{r}$ основного ацетата свинца(II), в стакане вместимостью $500~\mathrm{m}$ л до $80-90~\mathrm{C}$ и при непрерывном перемешивании механической мешалкой медленно прилейте из капельной воронки стехиометрическое количество хромовой смеси согласно уравнению

$$3Pb(CH_3COO)OH + K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4 = 2PbCrO_4 \cdot PbSO_4 + 2CH_3COOK + CH_3COOH + 2H_2O.$$

После введения хромовой смеси суспензию крона выдержите при 80–90 °C в течение 30 мин, не прекращая перемешивания, затем промойте полученный крон декантацией, отфильтруйте на воронке Бюхнера и высушите при 80 °C.

3.3.17. МОНОГИДРАТ СУЛЬФАТА ТЕТРААММИНМЕДИ(II) $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$

Моногидрат сульфата тетраамминмеди(II) — синие кристаллы, растворимые в холодной воде, но нерастворимые в этиловом спирте. Вещество разлагается кислотами, а также под действием концентрированных растворов щелочей.

Ход работы

Поместите 5 г мелкорастертого в фарфоровой ступке медного купороса в стакан емкостью 50 мл и растворите в 10 мл воды. Добавьте при интенсивном перемешивании стеклянной палочкой концентрированный раствор аммиака (не забудьте о соблюдении соответствующих мер безопасности). При необходимости полученный раствор отфильтруйте на стеклянной конической воронке через бумажный широкопористый фильтр («красная лента») в стакан емкостью 100 мл.

К раствору при перемешивании медленно добавьте 20 мл этанола, выдержите раствор в течение 1 ч в кристаллизаторе со льдом.

Образовавшийся мелкокристаллический осадок темно-синего цвета отфильтруйте на воронке Бюхнера. Дважды промойте его этанолом следующим образом: отсоедините шланг водоструйного насоса от колбы, залейте вещество на воронке 5–7 мл этанола, осторожно перемешайте кристаллы стеклянной палочкой, присоедините шланг водоструйного насоса и отфильтруйте промывную жидкость.

Высушите кристаллы на воронке током воздуха в течение 20 мин, затем перенесите их в бюкс и взвесьте.

Для идентификации полученного соединения можно воспользоваться методом дифференциальной сканирующей калориметрии.

- 1. Напишите уравнение реакции.
- 2. Рассчитайте выход продукта (в % по отношению к исходному количеству медного купороса).
- 3. Несколько кристаллов вещества растворите в небольшом количестве воды. Раствор разделите на две части, к одной добавьте 1–2 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия, к другой 2 мл 0,5 М раствора сульфида натрия. Опишите наблюдаемые явления и напишите уравнения реакций.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Карцова А. А.*, *Воронович Н. С., Ефимов А. И., Яшина Г. С.* Методические указания к выполнению работ по химии: учеб. пособие. СПб.: Изд-во С.-Петерб. унта, 1994.
- 2. Воеводина Е.А., Кожина И.И., Козин А.О., Севастьянова Т.Н., Скрипкин М.Ю. Неорганическая химия. Основы химического эксперимента. Синтез неорганических веществ. СПб.: Изд-во ВВМ, 2014.
- 3. Коростелёв П.П. Лабораторная техника химического анализа. М.: Химия, 1981.
- 4. Барков С. А., Ронжина Н. М. Качественный анализ. 2-е изд., доп. М.: Высшая школа, 1962.
- 5. Воскресенский П. И. Техника лабораторных работ. 10-е изд., стер. М.: Химия, 1973.
- 6. Степин Б. Д. Техника лабораторного эксперимента в химии: учеб. пособие для вузов. М.: Химия, 1999.
- 7. Руководство по неорганическому синтезу: в 6 т. / пер. с нем.; под ред. Г. Бра-уэра. М.: Мир, 1985–1986.
- 8. Горичев И. Г., Зайцев Б. Е., Киприянов Н. А., Ключников Н. Г., Громов Д. Н. Руководство по неорганическому синтезу: учеб. пособие для вузов. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Химия, 1997.
- 9. Карякин Ю. В., Ангелов И. И. Чистые химические вещества. 4-е изд., перераб. и доп. М.: Химия, 1974.
- 10. Синтезы неорганических соединений: в 3 т. / пер. с англ.; под ред. У. Джолли. М.: Мир, 1966–1970.
- 11. Леснова Е.В. Практикум по неорганическому синтезу: учеб. пособие для хим.-технол. техникумов. М.: Высшая школа, 1977.
- 12. Алешин В.А., Дунаева К.М., Жиров А.И., Киселёв Ю.М., Коренев Ю.М., Субботина Н.А., Тамм М.Е. Практикум по неорганической химии: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. Ю.Д.Третьякова. М.: Изд. центр «Академия», 2004.
- 13. Ефимов А.Н., Белорукова И.П., Василькова И.В., Чечев В.П. Свойства неорганических соединений: справочник / под ред. В.А. Рабиновича. Л.: Химия, 1983.
- 14. Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ: учеб. пособие. М.: Аргамак-Медиа, 2018.

ПРИЛОЖЕНИЕ

П1. НЕКОТОРЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТ

Плотность воды ρ при различных температурах

t,°C	ρ, г/cm ³	t,°C	ρ, г/cm ³	t,°C	ρ, г/cm ³
11	0,99963	16	0,99897	21	0,99802
12	0,99952	17	0,99880	22	0,99780
13	0,99940	18	0,99862	23	0,99757
14	0,99927	19	0,99843	24	0,99732
15	0,99913	20	0,99823	25	0,99707

Растворимость некоторых веществ в воде (в г на 100 г растворителя) при различных температурах (для кристаллогидратов данные приведены в расчете на безводную соль)

вещество t,°C	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	K ₂ Cr ₂ O ₇	CuSO ₄ ·5H ₂ O	KCl	NaCl
0	1,3	5,0	11,3	27,6	35,7
10	1,6	8,5	17,4	31,0	35,8
20	2,7	13,1	20,7	34,0	36,0
30	3,9	18,2	25,0	37,0	36,3
40	6,7	29,2	28,5	40,0	36,6
50	10,5	37,0	33,3	42,6	37,0
60	20,3	50,5	40,0	45,5	37,3
70	24,4	61,5	47,1	48,1	37,8
80	31,5	73,0	55,0	51,1	38,4
90	41,0	96,2	64,2	54,0	39,0
100	52,5	102,0	75,4	56,7	39,8

Окраска некоторых индикаторов при различных значениях рН среды

Индикатор	Окраска	Кислотность среды
Метиловый фиолетовый	Желто-зеленая	pH≤0
(метилвиолет)	Голубая	1≤pH≤2
	Фиолетовая	pH≥3
Метиловый оранжевый (метилоранж)	Красная	pH≤3
	Желтая	pH≥5
Метиловый красный	Красная	pH≤4
(метилрот)	Желтая	pH≥6
Пара-нитрофенол	Бесцветная	pH≤5
	Желтая	pH≥7
Фенолфталеин	Бесцветная	pH≤8
	Малиновая	pH≥10
Ализарин желтый	Желтая	pH≤10
	Красно-оранжевая	pH≥12
Индигокармин	Синяя	pH≤12
	Желтая	pH≥14

Константы диссоциации некоторых слабых кислот и оснований (водный раствор, 25 °C)

Кислота	Константа диссоциации	Основание	Константа диссоциации
CH ₃ COOH	$K = 1,74 \cdot 10^{-5}$	Al(OH) ₃	$K_3 = 1,4 \cdot 10^{-9}$
H ₂ CO ₃	$K_1 = 4.5 \cdot 10^{-7}$	Mg(OH) ₂	$K_2 = 2.5 \cdot 10^{-3}$
	$K_2 = 4.7 \cdot 10^{-11}$	7n(OH)	$K_1 = 4,4 \cdot 10^{-5}$
H ₃ PO ₄	$K_1 = 7,1 \cdot 10^{-3}$	$K_1 = 7.1 \cdot 10^{-3}$ $Zn(OH)_2$	
	$K_2 = 6.2 \cdot 10^{-8}$	Cu(OH) ₂	$K_2 = 3.4 \cdot 10^{-7}$
	$K_3 = 5.0 \cdot 10^{-13}$	NH ₃ ·H ₂ O	$K = 1.8 \cdot 10^{-5}$
H ₂ SO ₃	$K_1 = 1.4 \cdot 10^{-2}$		
	$K_2 = 6.2 \cdot 10^{-8}$		
H ₂ SiO ₃	$K_1 = 2, 2 \cdot 10^{-10}$		
	$K_2 = 1.6 \cdot 10^{-12}$		
H ₂ S	$K_1 = 6.0 \cdot 10^{-8}$		
	$K_2 = 1.0 \cdot 10^{-14}$		

П2. ПРИМЕРЫ ТИПОВЫХ РАСЧЕТОВ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ОЧИСТКИ ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Пример 1. Рассчитайте, какую массу нитрата калия и какой объем воды требуется взять для получения 50 г чистого KNO₃ охлаждением раствора от $80 \, ^{\circ}$ C до $20 \, ^{\circ}$ C.

Решение

Согласно справочным данным растворимость нитрата калия в 100 г воды при 20 °C составляет 31,6 г, а при 80 °C — 168,8 г. Разность этих величин показывает, какая масса соли выделится из насыщенного раствора, приготовленного в 100 г воды, при охлаждении его в соответствующем температурном интервале:

$$m = 168.8 \text{ }\Gamma - 31.6 \text{ }\Gamma = 137.2 \text{ }\Gamma.$$

Массу соли, которая потребуется для приготовления насыщенного раствора при $80\,^{\circ}$ С, обозначим через x.

Тогда, если взять 168,8 г нитрата калия, то можно получить 137,2 г чистого KNO₃, а если взять x г нитрата калия, то можно получить 50 г чистого KNO₃:

$$x = (50 \text{ r} \cdot 168,8 \text{ r}) / 137,2 \text{ r} = 61,5 \text{ r}.$$

Объем воды (y), в котором должна быть растворена эта навеска, чтобы образовался насыщенный раствор, находим из следующей пропорции:

в 100 г воды растворяется 168,8 г соли; в y г воды растворяется 61,5 г соли;

 $y = (61.5 \text{ r} \cdot 100 \text{ r}) / 168.8 \text{ r} = 36.43 \text{ r}.$

Следовательно, для получения 50 г чистого нитрата калия потребуется 61,5 г исходной соли и 37 мл воды.

Пример 2. 35 г прокаленной буры растворены в 150 мл воды при 70 °C. После кристаллизации масса чистой буры оказалась равной 50,5 г $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$. Рассчитайте потери соли при перекристаллизации (в %), если раствор был охлажден до 10 °C.

Решение

1. Какая масса буры останется в 150 мл воды при охлаждении до 10°С?

$$x = (1.6 \text{ r} \cdot 150 \text{ r}) / 100 \text{ r} = 2.4 \text{ r}.$$

- 2. Какая масса безводного тетрабората натрия содержится в полученном при перекристаллизации препарате? 35,00 г 2,4 г = 32,60 г.
- 3. Какая масса $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ должна образоваться при кристаллизации?

$$y = (m(Na_2B_4O_7) \cdot M(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O) / M(Na_2B_4O_7) =$$

= (32,6 \(\text{ r} \cdot 381,42 \(\text{ r})/201,26 \(\text{ r} = 61,78 \(\text{ r})\)

4. Каковы потери вещества при перекристаллизации? $((61,78~\mathrm{r}-50,5~\mathrm{r})\cdot100)/61,78~\mathrm{r}=18,26~\%.$

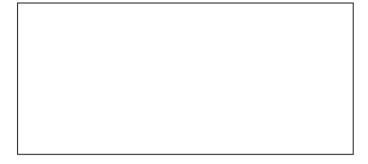
ПЗ. ОБРАЗЦЫ ПРОТОКОЛОВ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Лабораторная работа №

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЯРНОЙ МАССЫ ГАЗА

Цель работы: определить молекулярную массу углекислого газа весовым методом.

Схема экспериментальной установки



I. Условия проведения опыта

Температура $t = (^{\circ}C) T = (K)$, Давление $P = (\Pi a)$

- **II.** Экспериментальные данные
- 1. Взвешиваем колбу с воздухом.
- 2. Масса колбы + пробка + воздух $m_1 = ...$ г.
- 3. Заполняем колбу углекислым газом и взвешиваем ее.

Масса колбы + пробка + CO_2 $m_2 = ...$ г.

Для контроля полноты вытеснения воздуха дополнительно пропускаем в нее CO_2 в течение 5 мин. Вновь взвешиваем колбу.

Масса колбы + пробка + $CO_2 m_2$ ' = ... г.

4. Определяем объем колбы.

Объем колбы

 $V = \dots M\pi$.

III. Расчеты

- 1. Масса воздуха в колбе $m_{\text{воздух}} = PVM_{\text{воздух}} / RT = \dots г.$
- 2. Масса колбы + пробка $m_{\text{колба+пробка}} = m_1 m_{\text{воздуха}} = \dots$ г.
- 3. Масса углекислого газа $m_{\text{CO}_2} = m_2 m_{\text{колба+пробка}} = \dots$ г.
- 4. Молекулярная масса $CO_2 M_{CO_2} = m_{CO_2} RT/PV = ...$ г/моль.
- 5. Относительная погрешность определения молекулярной массы CO₂:

$$\delta$$
 (%) = $|[M(CO_2)_{9KCII.} - M(CO_2)] / M(CO_2)| \cdot 100 \%$

Вывод: Молярная масса углекислого газа равна ... г/моль. Относительная погрешность измерения составила ... %.

Лабораторная работа №

УСТАНОВЛЕНИЕ ФОРМУЛЫ КРИСТАЛЛОГИДРАТА

Цель работы: определить формулу кристаллогидрата с неизвестным содержанием кристаллизационной воды путем определения массовой доли воды в кристаллогидрате гравиметрическим методом.

I. Экспериментальные данные

Температура нагрева соли... °C Время первичного нагрева соли... мин Время повторного нагрева соли... мин

Результаты гравиметрических опытов

Vanavmanververa	Номер опыта			
Характеристика	1	2	3	
Масса тигля/бюкса, г				
Масса тигля/бюкса с кристаллогидратом, г				
Масса кристаллогидрата, m_1 , г				
Масса после 1-го взвешивания, г				
Масса после 2-го взвешивания, г				
Масса безводной соли, m_2 , г				
Массовая доля воды в кристаллогидрате, %				

II. Расчеты

Масса кристаллизационной воды:

$$m(H_2O) = m_1 - m_2 = ... \Gamma.$$

Определение формулы кристаллогидрата:

$$n(H_2O)/n(X) = m(H_2O)/M(H_2O) : m_2/M(X).$$

В этой формуле $n(H_2O)/n(X)$ — отношение числа молей кристаллизационной воды к числу молей безводной соли (равно отношению числа молекул этих веществ); M(X) — молярная масса безводной соли, $M(H_2O)$ — молярная масса воды.

Полученную формулу кристаллогидрата запишите в виде:

Формула соли \cdot а H_2O (например, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$).

Величину а округлите до ближайшего целого числа.

Вывод: Исследованный кристаллогидрат имеет следующий состав: ...

Лабораторная работа №

ОЧИСТКА ХЛОРИДА НАТРИЯ МЕТОДОМ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Цель работы: провести перекристаллизацию хлорида натрия, загрязненного примесями галогенидов, сульфатов, солей калия, магния и кальция, проверить очищенный препарат на чистоту химическими и физико-химическими методами анализа.

I. Приготовление водного раствора хлорида натрия

$$m_{
m NaCl}$$
 (исх.) = ... г. $V_{
m H_2O}$ = ... мл.

II. Описание операций нагрева и фильтрования раствора, а также отделения ионов SO_4^{2-} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+}

Обязательно напишите соответствующие химические реакции:

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow ...$$

 $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow ...$
 $Mg^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow ...$
 $Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow ...$

Опишите явления, которые вы наблюдали при проведении этих реакций.

III. Проверка полноты осаждения ионов Са²⁺, Mg²⁺,Ba²⁺

Ион	Химическая реакция	Наблюдаемые явления	Вывод
Ca ²⁺			
Mg ²⁺			
Ba ²⁺			

IV. Описание операций нейтрализации, упаривания, фильтрования раствора, а также высушивания кристаллов

V. Проверка полученного вещества на чистоту

Ион	Химическая реакция	Наблюдаемые явления	Вывод
H ⁺			
SO ₄ ²⁻			
K ⁺			
Ca ²⁺			
Mg ²⁺ Ba ²⁺			
Ba ²⁺			

VI. Результаты количественного анализа исходной и перекристаллизованной соли методом рентгенофлуоресцентного анализа

VII. Расчет выхода NaCl

 $m^{\text{конечн.}}$ (NaCl) = ... г.

Выход вещества:

ω (NaCl) = m^{KOHEЧН.} (NaCl) / m^{MCX.} (NaCl) · 100 %.

Вывод: методом перекристаллизации получили очищенный NaCl с выходом ... %.

Лабораторная работа №

ВОДОРОДНЫЙ ПОКАЗАТЕЛЬ

Цели работы:

- 1) научиться определять рН водных растворов, используя кислотно-основные индикаторы;
- 2) определить рН водных растворов выданных веществ и дать объяснение наблюдаемым явлениям.

Определение рН растворов

Растворенное вещество	Концентрация	Индикатор	Окраска	рН
HNO ₃	1 моль/л	Метиловый		
	0,1 моль/л	фиолетовый		
НСООН	0,1 моль/л	Метиловый фиолетовый		
		Метилоранж		
НСООН	0,1 моль/л	Метилоранж		
HCOONa	0,1 моль/л			
КОН	1 моль/л	Индигокармин		
	0,1 моль/л			
	0,01 моль/л			
NH ₃	1 моль/л	Индигокармин		
		Ализариновый желтый		
NH ₃	0,1 моль/л	Ализариновый желтый		
		Фенолфталеин		
	0,01 моль/л	Ализариновый желтый		
		Фенолфталеин		
NH ₃	0,1 моль/л	Ализариновый		
NH ₄ Cl	0,1 моль/л	желтый		
Дистиллированная				
вода				

Выводы:

- 1) при разбавлении 1 M азотной кислоты в 10 раз рН раствора (уменьшается/увеличивается) на ...;
- 2) при одинаковой концентрации азотной и муравьиной кислот концентрация ионов водорода больше в растворе ... кислоты;
- 3) добавление формиата натрия к раствору муравьиной кислоты (усиливает/подавляет) диссоциацию последней;
- 4) при разбавлении 1 M раствора гидроксида калия в 10 раз рН раствора (уменьшается/увеличивается) на ...;

- 5) при одинаковой концентрации гидроксида калия и гидроксида аммония в растворе концентрация ионов водорода больше в растворе ...;
- 6) добавление хлорида аммония к водному раствору аммиака (усиливает/подавляет) диссоциацию последнего;
- 7) используемая в лаборатории дистиллированная вода имеет ... реакцию вследствие ...

Лабораторная работа №

ГИДРОЛИЗ СОЛЕЙ

Цель работы: с помощью кислотно-основных индикаторов определить рН растворов нескольких солей. Провести ряд опытов по взаимодействию различных веществ, дать объяснения наблюдаемым явлениям.

Опыт 1

Водный раствор	pН	Реакция среды (нейтральная, кислая, щелочная)	Молекулярное и ионное уравнения гидролиза соли
KI			
Na ₂ SO ₃			
(NH ₄) ₂ SO ₄			
Na ₂ CO ₃			
Al(NO ₃) ₃			
ZnCl ₂			
Na ₂ SiO ₃			

Водный раствор	pН	Реакция среды (нейтральная, кислая, щелочная)	Уравнение гидролиза/ диссоциации соли
Na ₃ PO ₄			
Na ₂ HPO ₄			
NaH ₂ PO ₄			
NaHSO ₃			
NaHCO ₃			
NaHSO ₄			_

 $Mg + Al_2(SO_4)_3 + H_2O \rightarrow ...$

Наблюдаются следующие явления:

Опыт 4

 $Zn + NH_4Cl + H_2O \rightarrow ...$

Наблюдаются следующие явления:

Опыт 5

Уравнение реакции в молекулярном виде	Уравнение реакции в ионном виде	Наблюдаемые явления
$Na_2CO_3 + BaCl_2 + H_2O \rightarrow$		
$NaHCO_3 + BaCl_2 + H_2O \rightarrow$		
$NaOH + BaCl_2 + H_2O \rightarrow$		
$NH_4OH + BaCl_2 + H_2O \rightarrow$		
$Na_2CO_3 + CuSO_4 + H_2O \rightarrow$		
$NaHCO_3 + CuSO_4 + H_2O \rightarrow$		
$NaOH + CuSO_4 + H_2O \rightarrow$		
$NH_4OH + CuSO_4 + H_2O \rightarrow$		
$Na_2CO_3 + Al_2(SO_4)_3 + H_2O \rightarrow$		
$NaHCO_3 + Al_2(SO_4)_3 + H_2O \rightarrow$		
$NaOH + Al_2(SO_4)_3 + H_2O \rightarrow$		
$NH_4OH + Al_2(SO_4)_3 + H_2O \rightarrow$		

		pН		
Раствор	Исходный раствор	Исходный раствор + 5 капель СН ₃ СООН	Исходный раствор + избыток СН ₃ СООН	Уравнения реакций, протекающих в следующих условиях
Na ₂ CO ₃				Исходный раствор Исходный раствор + 5 капель СН ₃ СООН Исходный раствор + избыток СН ₃ СООН
NaHCO ₃				1. Исходный раствор 2. Исходный раствор + 5 капель СН₃СООН 3. Исходный раствор + избыток СН₃СООН

Водный раствор	pН	Ионные и молекулярные уравнения реакций
Равные объемы Na ₂ HPO ₄ и NaH ₂ PO ₄		

Выводы:

Индивидуальная задача

б	Для приготовления раствора с рН = ыли взяты следующие растворы	рН полученного раствора	Ионные и молекулярные уравнения реакций

Лабораторная работа №

ПРИМЕРЫ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫХ РЕАКЦИЙ

Цель работы: провести ряд опытов по изучению окислительновосстановительных реакций, дать объяснения наблюдаемым явлениям.

Опыт 1

Уравнение реакции, электронно-ионный баланс	Окислитель/ восстановитель	Наблюдаемые явления
NaCl _{тв} + H ₂ SO _{4конц.} →	Окислитель — Восстановитель —	
NaBr _{tb} + H ₂ SO _{4конц.} →	Окислитель — Восстановитель —	
$NaI_{TB} + H_2SO_{4$ конц. $\rightarrow \dots$	Окислитель — Восстановитель —	

Уравнение реакции, электронно-ионный баланс	Окислитель/ восстановитель	Наблюдаемые явления
$KMnO_4 + K_2SO_3 + H_2SO_4 \rightarrow \dots$	Окислитель — Восстановитель —	
$KMnO_4 + K_2SO_3 + KOH \rightarrow$	Окислитель — Восстановитель —	
$KMnO_4 + K_2SO_3 + H_2O \rightarrow \dots$	Окислитель — Восстановитель —	

$$KMnO_4 + H_2O_2 + H_2SO_4 \rightarrow ...$$
 Электронно-ионный баланс: Окислитель — ... Восстановитель — ... Наблюдаемые явления:

Опыт 4

$$H_2O_2$$
 Окислитель — ... Восстановитель — ... Наблюдаемые явления:

Опыт 5

		Добавили к раствору CCl ₄			
Уравнение реакции		Наблюдаемые	Отделили органическую фазу и добавили к водной фазе хлорную воду		
		явления	Уравнение реакции	Наблюдаемые явления	
$KBr + Cl_2 \rightarrow$					
$KI + Cl_2 \rightarrow$					

Опыт 6

Уравнение реакции, электронно-ионный баланс	Окислитель/ восстановитель	Наблюдаемые явления
$ K_2Cr_2O_7 + K_2SO_3 + H_2SO_4 \rightarrow \dots $	Окислитель — Восстановитель —	

Уравнение реакции, электронно-ионный баланс	Наблюдаемые явления	Добавили KI. Уравнение реакции	Наблюдаемые явления
$FeSO_4 + KMnO_4 + H_2SO_4 \rightarrow \dots$			

Уравнение реакции, электронно-ионный баланс	Окислитель/ восстановитель	Наблюдаемые явления
$KNO_2 + KI + H_2SO_4 \rightarrow$	Окислитель — Восстановитель —	
$KNO_2 + FeSO_4 + H_2SO_4 \rightarrow \dots$	Окислитель — Восстановитель —	
$KNO_2 + H_2SO_4 \rightarrow \dots$	Окислитель — Восстановитель —	

Выводы:

Индивидуальная задача

Теоретическая таблица

	KBr	НІ	KHSO ₃	K ₂ SO ₃	KHSO ₄	FeSO ₄	KNO ₂	Дополни- тельный реагент
KBr								
HI								
KHSO ₃								
K ₂ SO ₃								
KHSO ₄								
FeSO ₄								
KNO ₂								
Дополни- тельный реагент								

Таблица с экспериментальными данными

	Раствор 1	Раствор 2	Раствор 3	Раствор 4	Раствор 5	Доп. реагент
Раствор 1						
Раствор 2						
Раствор 3						
Раствор 4						
Раствор 5						
Доп. реагент						

Вывод: Были выдан	ы растворы	следующих	веществ:
--------------------------	------------	-----------	----------

Раствор 1 — ... Раствор 2 — ... Раствор 3 — ...

```
Раствор 4 — ...
Раствор 5 — ...
```

Лабораторная работа №

СКОРОСТЬ ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИИ

Цель работы: определить зависимость скорости химической реакции от различных факторов.

Опыт 1

$$Zn + HCl \rightarrow ...$$

 $Zn + CH_3COOH \rightarrow ...$
 $Mg + HCl \rightarrow ...$

Концентрации исходных растворов кислоты:

 $C(HCl) = \dots$ моль/л;

 $C(CH_3COOH) = \dots$ моль/л.

Таблица с экспериментальными данными

Образец металла	Кислота, концентрация, моль/л	Время, за которое выделяется 15 мл водорода, с
Кусочек цинка, $m =$ г		
Порошок цинка, $m = \dots$ г		
Порошок магния, $m = \dots$ г		

Объясните различия во времени выделения одинаковых количеств водорода.

Опыт 2

Концентрации исходных растворов:

 $C(KIO_3) = \dots$ моль/л; $C(Na_2S_2O_3) = \dots$ моль/л.

Таблица с экспериментальными данными

№ опыта	V _{p-pa} (KIO ₃), мл	V _{p-pa} (Na ₂ SO ₃), мл	V(H ₂ O), мл	<i>C</i> (KIO₃), моль/л	C(Na ₂ SO ₃), моль/л	Время до появления синего окрашивания т, с	$v = 1/\tau,$ c^{-1}
1	5,0	10,0	15,0				
2	10,0	10,0	10,0				
3	15,0	10,0	5,0				
4	20,0	10,0					

Согласно закону действующих масс скорость изучаемой реакции $v = \dots$

Тип полученной зависимости: ...

Порядок реакции по тиосульфат-иону равен: ...

Опыт 3

$$5H_2C_2O_4 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = 10CO_2 + K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 8H_2O.$$

Концентрации исходных растворов:

 $C(KMnO_4) = \dots$ моль/л;

 $C(H_2C_2O_4) = 0,05$ моль/л;

 $C(MnSO_4) = 0,01$ моль/л;

 $C(H_2SO_4) = 0,1$ моль/л.

Оформление результатов, полученных при изучении зависимости скорости реакции от температуры

№ опыта	$V_{ ext{p-pa}}$ (НООССООН),	$V_{ ext{p-pa}} ext{(KMnO}_4),$ мл	Темпера- тура <i>t</i> , °C	Время до исчезно- вения окраски, т, с	$v = 1/\tau,$ c^{-1}
1	5	5		1 ,	
2	5	5			
3	5	5			

Температурный коэффициент скорости составляет ...

Опыт 4

$$2H_2O_2 \rightarrow 2H_2O + O_2$$
.

Таблица с экспериментальными данными

Исходная смесь	Время обесцвечивания
Индигокармин + H ₂ O ₂	
Индигокармин + H_2O_2 + $FeCl_3$	

При объяснении наблюдаемых явлений дайте ответы на следующие вопросы.

- 1. Как влияет добавка раствора FeCl₃ на скорость разложения пероксида водорода?
- 2. Какое вещество обесцвечивает индигокармин?
- 3. Как изменяется время обесцвечивания раствора при добавлении хлорида железа(III)? Почему?

 $5H_2C_2O_4 + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 = 10CO_2 + K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 8H_2O$. Концентрации исходных растворов:

 $C(KMnO_4) = \dots$ моль/л;

 $C(H_2C_2O_4) = 0.05$ моль/л;

 $C(MnSO_4) = 0.01 моль/л;$

 $C(H_2SO_4) = 0,1$ моль/л.

Таблица с экспериментальными данными

№ опыта	$V_{ m p-pa}$ (MnSO ₄), мл	V _{p-pa} (H ₂ O), мл	Время обесцвечивания т, с	$v = 1/\tau, c^{-1}$
1	0	5		
2	1	4		
3	2	3		
4	3	2		
5	4	1		

При объяснении полученных результатов дайте ответы на следующие вопросы.

- 1. Какое вещество является катализатором в данной реакции?
- 2. Как изменяется скорость реакции при добавлении раствора КМпO₄ (увеличивается, уменьшается, сначала увеличивается, затем уменьшается и т. д.)?
- 3. Как объяснить наблюдаемые явления с учетом изменения концентрации катализатора и реагирующих веществ?

Опыт 6

$$2H_2O_2 \rightarrow 2H_2O + O_2$$
.

Таблица с экспериментальными данными: разложение пероксида водорода

Исходная смесь	Наблюдение за тлеющей лучинкой
H_2O_2	
$H_2O_2 + MnO_2$	

Укажите причину разницы в наблюдениях за тлеющей лучинкой. Какую роль в данном случае играет диоксид марганца?

Таблица с экспериментальными данными: сравнительная активность различных катализаторов

Исходная смесь	Время обесцвечивания индигокармина
$10 \ \rm{mn} \ H_2O_2 + 10 \ \rm{ka}$ пель индигокармина	
10 мл ${ m H_2O_2}$ + 10 капель индигокармина + ${ m MnO_2}$	
10 мл $H_2O_2 + 10$ капель индигокармина + PbO_2	

На основании сделанных наблюдений сформулируйте вывод о сравнительной активности катализаторов.

Лабораторная работа №

ХИМИЧЕСКОЕ РАВНОВЕСИЕ

Цель работы: определить влияние различных факторов на химическое равновесие.

Опыт 1

В ионной форме равновесие может быть представлено следующим образом: $Fe^{3+} + NCS^- \rightleftarrows Fe(NCS)^{2+}$.

Таблица с экспериментальными данными

Состав изучаемой смеси	Окраска раствора
Исходная смесь	
Исходная смесь + 2–3 капли раствора FeCl ₃	
Исходная смесь + кристаллический KCl	
Исходная смесь + 2–3 капли раствора KNCS	

На основании принципа Ле Шателье с учетом варьирования концентрации реагирующих веществ и продуктов реакции объясните наблюдаемое изменение интенсивности окраски.

Опыт 2

 $CH_3COONa + H_2O \rightleftharpoons CH_3COOH + NaOH - Q.$

В ионной форме равновесие может быть представлено следующим образом: ...

Таблица с экспериментальными данными

Изучаемая смесь: CH ₃ COONa + H ₂ O + фенолфталеин	Цвет раствора
При комнатной температуре	
При нагревании	
После охлаждения	

На основании принципа Ле Шателье с учетом теплового эффекта реакции гидролиза объясните наблюдаемое изменение окраски.

Опыт 3

$$FeCl_3 + H_2O \rightleftharpoons FeOHCl_2 + HCl - Q$$
.

В ионной форме равновесие может быть представлено следующим образом: ...

Таблица с экспериментальными данными

Изучаемая смесь: FeCl ₃ + H ₂ O	Цвет раствора
При комнатной температуре	
При нагревании	
После охлаждения	

На основании принципа Ле Шателье с учетом теплового эффекта реакции гидролиза объясните наблюдаемое изменение окраски. Образованием каких частиц, по вашему мнению, объясняется это изменение?

$$2CrO_4^{2^-} + 2H^+ \mathop{\rightleftarrows} Cr_2O_7^{2^-} + H_2O.$$

Таблица с экспериментальными данными

Изучаемая смесь	Цвет раствора
Исходный раствор K ₂ Cr ₂ O ₇	
Исходный раствор K ₂ Cr ₂ O ₇ + NaOH	
Исходный раствор K ₂ Cr ₂ O ₇ + NaOH + HCl	
Исходный раствор $K_2Cr_2O_7 + NaOH + HCl + NaOH$	

На основании принципа Ле Шателье с учетом изменения концентрации реагирующих веществ и продуктов реакции объясните наблюдаемое изменение интенсивности окраски.

Onыm 5 иод + крахмал ⇒иодкрахмальный комплекс + Q

Изучаемая смесь: иод + крахмал	Цвет раствора
При комнатной температуре	
При нагревании	
После охлаждения	

На основании принципа Ле Шателье с учетом теплового эффекта реакции взаимодействия крахмала и иода объясните наблюдаемое изменение окраски.

Лабораторная работа №

ПОЛУЧЕНИЕ СОЛИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ ОСНОВНОГО ОКСИДА С КИСЛОТОЙ

Цель работы: получить медный купорос (CuSO $_4 \cdot 5H_2O$) взаимодействием осно́вного оксида CuO с серной кислотой.

І. Уравнение реакции

$$CuO + H_2SO_4 + 4H_2O \rightarrow CuSO_4 \cdot 5H_2O$$
.

II. Расчеты

Рассчитайте массу оксида меди(II) и объем раствора серной кислоты заданной концентрации, которые необходимы для получения 5 г *безводного* сульфата меди ($m_{\text{теор.}}$). Расчет удобно вести по уравнению реакции:

$${
m CuO} + {
m H_2SO_4} {
ightarrow} {
m CuSO_4} + {
m H_2O}$$
 $m_{{
m CuO}} = \dots$ г; $V_{{
m H_2SO_4}} = \dots$ мл; $C_{{
m H_2SO_4}} = \dots$ моль/л.

III. Проведение синтеза

Опишите операции, которые вы проводили при растворении оксида меди в серной кислоте. Далее необходимо описать операции

фильтрования, упаривания, охлаждения раствора, удаления жидкости декантацией и высушивания полученного вещества.

Масса полученной соли $m_{\text{практ.}} = \dots$ г.

IV. Расчет выхода продукта

Выход продукта составил ...

Вывод: получен кристаллогидрат сульфата меди $CuSO_4 \cdot 5H_2O$. Выход продукта составил ...%.

Книги Издательства СПбГУ можно

ЗАКАЗАТЬ

на сайте издательства: publishing.spbu.ru

в интернет-магазинах: ozon.ru; bookvoed.ru; URSS.ru

ПРИОБРЕСТИ

в книжных магазинах СПбГУ Дом университетской книги

Менделеевская линия, д. 5 6-я линия В. О., д. 15 Университетская наб., д. 11

А также в магазинах

Санкт-Петербурга: Сеть книжных магазинов «Буквоед»

Санкт-Петербургский Дом книги, Невский пр., д. 28

«Подписные издания», Литейный пр., д. 57

Москвы: «Библио-Глобус», ул. Мясницкая, д. 6/3

«Фаланстер», М. Гнездниковский пер., д. 12/27

Перми: «Пиотровский», ул. Ленина, д. 54

Учебное издание

АЛЯБЬЕВА Виктория Петровна, БОРИСОВА Марина Викторовна, ВОЕВОДИНА Елена Аатольевна, ГУСЕВ Илья Михайлович, ПРОЯВКИН Александр Александрович, СЕВАСТЬЯНОВА Татьяна Николаевна, СКРИПКИН Михаил Юрьевич, СОКОЛОВА Ольга Борисовна

ОБШАЯ И НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ:

Практические работы для школьников

Учебно-методическое пособие

Редактор Г. Б. Ерусалимский Корректор А. С. Яшина Компьютерная верстка Е. М. Воронковой Обложка Е. Р. Куныгина

Подписано в печать 03.04.19. Формат $60\times90^{-1}/_{16}$. Усл. печ. л. 6,25. Плановый тираж 1000 экз. (1-й завод — 100 экз.). Заказ №

Издательство Санкт-Петербургского университета. 199004, С.-Петербург, В.О., 6-я линия, 11. Тел./факс +7(812)328-44-22 publishing@spbu.ru



publishing.spbu.ru

Типография Издательства СПбГУ. 199034, С.-Петербург, Менделеевская линия, д. 5.