

Лабораторна робота № 6

Синтези неорганічних сполук

Мета роботи: навчитись проводити розрахунки за рівнянням реакції та отримати навички роботи з лабораторним обладнанням, синтезуючи деякі неорганічні сполуки.

Прилади: скляні стакани, фарфорові чашки, пробірки, мірний посуд, технічні терези, газовий пальник або термостат, паперові фільтри, лійка Бюхнера, колба Бунзена, реактиви.

Завдання для самостійної роботи студентів

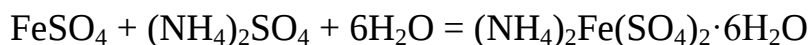
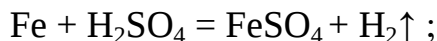
Виконання лабораторних синтезів потребує знань теоретичного матеріалу, вміння проводити розрахунки за рівняннями реакцій, розуміння змісту дослідів і методик їх виконання. При підготовці до лабораторної роботи необхідно ознайомитись з прикладом проведення розрахунків синтезу і запропонувати порядок розрахунків до свого синтезу. Використовуючи рекомендовані підручники необхідно ознайомитись з основними лабораторними операціями та методиками їх проведення: зважування, вимірювання об'єму розчинів, розчинення, нагрівання, випарювання, декантація та фільтрація, кристалізація, сушіння.

Приклад проведення розрахунків синтезу

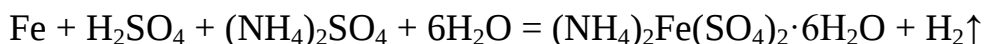
Нехай завданням передбачено синтез 5 г солі Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Ця подвійна сіль може бути синтезована за допомогою таких послідовних операцій:

- наважку заліза розчиняють при нагріванні в сульфатній кислоті з $\omega(\text{H}_2\text{SO}_4)=30\%$, яка береться у надлишку 1,1 від теоретичної кількості;
- після розчинення заліза, розчин фільтрують через скляний фільтр Шотта, фільтрат виливають в фарфорову чашку і в ньому розчиняють розраховану наважку сульфату амонію;
- реакційну суміш випаровують на водяній бані до початку кристалізації, а потім кристалізацію продовжують при охолодженні.

Отже, синтез проводять у відповідності з реакціями:



Синтез відбувається за стадіями, але для розрахунків краще користуватись сумарним рівнянням:



Завдання полягає у визначенні кількості вихідних речовин для

одержання 5 г продуктів з урахуванням методики синтезу. Для цього необхідно користуватись наступною послідовністю розрахунків:

1. В наведеному прикладі всі стехіометричні коефіцієнти дорівнюють одиниці.

2. Для кожної речовини необхідно визначити молярну масу:

$M(\text{Fe})=55,85 \text{ г/моль}$; $M(\text{H}_2\text{SO}_4)=98 \text{ г/моль}$; $M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)=132 \text{ г/моль}$;

$M((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})=392,5 \text{ г/моль}$.

3. За умовою потрібно добути 5 г солі Мора, що складає кількість речовини солі:

$$n(\text{солі}) = \frac{m(\text{солі})}{M(\text{солі})} = \frac{5 \text{ г}}{392 \text{ г/моль}} = 0,0127 \text{ моль.}$$

4. Оскільки стехіометричні коефіцієнти перед усіма вихідними речовинами такі ж як і перед продуктом реакції, то кожного з реагентів необхідно взяти по 0,0127 моль.

5. Тоді, розраховуємо маси реагентів:

$m(\text{Fe}) = n(\text{Fe}) \cdot M(\text{Fe}) = 0,0127 \text{ моль} \cdot 55,85 \text{ г/моль} = 0,71 \text{ г}$;

$m((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = n((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) \cdot M((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) =$
 $= 0,0127 \text{ моль} \cdot 132,06 \text{ г/моль} = 0,71 \text{ г}$;

$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = n(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,0127 \text{ моль} \cdot 98 \text{ г/моль} = 1,25 \text{ г}$.

Оскільки сульфатна кислота береться у надлишку 1,1, то її маса:

$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,25 \text{ г} \cdot 1,1 = 1,37 \text{ г}$.

5. Враховуючи, що використовується розчин сульфатної кислоти ($\omega(\text{H}_2\text{SO}_4)=30\%$), то необхідно розрахувати його об'єм, користуючись формулами:

масова частка сульфатної кислоти у розчині $\omega(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4)}{m(\text{розчину})}$,

густина розчину $d(\text{розчину}) = \frac{m(\text{розчину})}{V(\text{розчину})}$.

Об'єднавши отримаємо: $V(\text{розчину}) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4)}{d(\text{розчину}) \cdot \omega(\text{розчину})}$.

Відповідно до умов синтезу масова частка H_2SO_4 30 % (або 0,3) та густина розчину складає 1,23 г/мл (довідник). Розрахуємо необхідний об'єм розчину H_2SO_4 ($\omega(\text{H}_2\text{SO}_4)=30\%$):

$$V(\text{розчину}) = \frac{1,37 \text{ г}}{1,23 \text{ г/мл} \cdot 0,3} = 3,7 \text{ мл}.$$

Порядок виконання роботи

Викладач визначає для кожного студента номер досліду, який необхідно виконати (Дослід 1, 2, 3 або інший [4]). Для кожного синтезу,

викладач визначає кількість продукту або вихідної речовини, на основі якої студент повинен виконати розрахунки реагентів для проведення синтезу. Розрахунки перевіряє викладач і дає дозвіл на виконання роботи.

По завершенню синтезу продукт висушують, зважують і визначають його вихід (у відсотках).

Дослід 1: Синтез сульфату тетраамінкупруму (II).

Вихідні реактиви: розчин аміаку з масовою часткою $\omega(\text{NH}_3)=$ ____% та густиною $d(\text{розчину})=$ ____ г/см³.

Реакція:



Розраховану наважку сульфату купруму(II) (мідного купоросу) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількість водного розчину аміаку (дивись приклад розрахунку). Суміш перемішують склянкою паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює половині об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують подрібненим льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Комплексну сполуку з лійки Бюхнера переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

Властивості: кристалічна речовина темно-синього кольору, на повітрі стійка, розчинна у воді.

Дослід 2: Синтез дигідрофосфату калію.

Вихідні реактиви: розчин фосфатної кислоти з масовою часткою $\omega(\text{H}_3\text{PO}_4)=$ ____% та густиною $d(\text{розчину})=$ ____ г/см³; гідроксид калію масовою часткою чистої речовини $\omega(\text{KOH})=$ ____%.

Реакція:



Розраховану наважку гідроксиду калію вміщують у хімічну склянку і розчиняють у мінімальній кількості дистильованої води, перемішуючи склянкою паличкою. Стехіометричну кількість фосфатної кислоти відміряють мірним циліндром, доливають рівний об'єм води. Розчин лугу поступово при перемішуванні (обережно!) вливають у розчин кислоти. Реакційну суміш переносять у фарфорову чашку і випарюють на водяній бані до утворення кристалів, охолоджують льодом. Кристали продукту відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), переносять на фільтрувальний папір і висушують на повітрі.

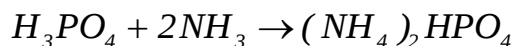
Властивості: безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі;

розчинна у воді, не розчинна в спиртах.

Дослід 3: Синтез гідрофосфату амонію.

Вихідні реактиви: розчин фосфатної кислоти з масовою часткою $\omega(\text{H}_3\text{PO}_4)=$ ____% та густиною $d(\text{розчину})=$ ____ г/см³; розчин аміаку з масовою часткою $\omega(\text{NH}_3)=$ ____% та густиною $d(\text{розчину})=$ ____ г/см³

Реакція:



Потрібний для реакції об'єм розчину фосфатної кислоти вміщують у хімічну склянку і краплинами при перемішуванні (обережно!) додають надлишок водного розчину аміаку (об'єм збільшують в 1,3 проти стехіометричного). Одержаний розчин, який повинен мати лужну реакцію, охолоджують льодом. Через 30 хвилин кристали відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ацетону, переносять на фільтрувальний папір і висушують на повітрі.

Властивості: безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі; розчинна у воді.