

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
"КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"**

**Завдання та методичні вказівки до виконання
лабораторної роботи "Синтез неорганічних речовин"**

для студентів хіміко-технологічного факультету

Затверджено Методичною радою НТУУ "КПІ"

Київ

НТУУ "КПІ"

2011

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи "Синтез неорганічних речовин" для студентів хіміко-технологічного факультету. Укладачі: Пацкова Т.В., Лісовська І.В., Шульженко О.О., Шпак А.Є. – К.: НТУУ "КПІ", 2011. -59 с.

Навчальне видання

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи "Синтез неорганічних речовин" для студентів хіміко-технологічного факультету

Укладачі	<i>Пацкова Тетяна Валентинівна, канд. хім. наук, доц. Лісовська Ірина Володимирівна, канд. хім. наук, доц. Шульженко Олена Олександрівна, ст. викл. Шпак Арсеній Євгенович, асистент.</i>
Відповідальний редактор	<i>О. О. Андрійко, д-р хім. наук.</i>
Рецензент	<i>Н. М. Толстопалова, канд. хім. наук, доц.</i>

ЗМІСТ

ЗМІСТ.....	3
1. Розділ 1. Загальні вказівки до виконання лабораторних синтезів неорганічних речовин.....	5
1.1. Приклад методики синтезу.....	6
1.2. Приклад розрахунків.....	7
1.3. Підтвердження якісного складу.....	8
1.4. Правила роботи в хімічній лабораторії.....	10
2. Розділ 2. Основні лабораторні операції	
2.1. Зважування.....	12
2.2. Вимірювання об'єму рідин.....	12
2.3. Розчинення.....	13
2.4. Нагрівання.....	14
2.5. Вимірювання температури.....	15
2.6. Випарювання.....	18
2.7. Фільтрування.....	18
2.8. Вимірювання густини рідин.....	24
2.9. Кристалізація.....	25
2.10. Дистиляція (перегонка).....	26
2.11. Сублімація (возгонка).....	29
2.12. Сушіння.....	30
2.13. Одержання газів.....	32
3. Розділ 3. Синтези неорганічних речовин	
3.1. Добування комплексних сполук	
3.1.1. Сульфат тетраамінкупруму(II).....	35
3.1.2. Сульфат гексаамінікелю(II).....	36

3.1.3. Нітрат гексаамінікелю(II).....	36
3.1.4. Хлорид гексаамінікелю(II).....	37
3.1.5. Хлорид гексаамінікобальту(III).....	38
3.2. Добування солей	
3.2.1. Дихромат амонію.....	39
3.2.2. Тетрахлорокупрат(II) амонію, кристалогідрат.....	39
3.2.3. Тіосульфат натрію.....	40
3.2.4. Дигідрофосфат калію.....	41
3.2.5. Гідрофосфат амонію.....	41
3.2.6. Карбонат натрію (кальцинована сода) Na_2CO_3	42
3.2.7. Хлорид амонію.....	43
3.2.8. Сульфат купруму(II) пентагідрат.....	43
3.2.9. Основний карбонат купруму(II).....	44
3.2.10. Нітрат кобальту(II) гексагідрат.....	44
3.2.11. Нітрат плюмбуму(II).....	45
3.2.12. Сульфат калію.....	46
3.3. Добування гідроксидів металів	
3.3.1. Гідроксид хрому(III).....	46
3.3.2. Гідроксид купруму(II).....	47
3.4. Добування оксидів металів	
3.4.1. Оксид плюмбуму(II).....	47
3.4.2. Оксид купруму(I).....	48
3.4.3. Оксид купруму(II).....	49
3.4.4. Оксид феруму(III).....	49
Література.....	51
Додатки.....	53

1. РОЗДІЛ 1

Загальні вказівки до виконання лабораторних синтезів неорганічних речовин

Виконання лабораторних робіт з синтезу неорганічних речовин сприяє поглибленому розумінню теоретичних основ неорганічної хімії і знайомить студентів з технікою проведення хімічного експерименту.

Готуючись до лабораторних занять, студент повинен вивчити загальні положення з техніки безпеки під час роботи в хімічній лабораторії, а також основні правила використання лабораторного обладнання та реактивів.

Виконання лабораторних синтезів потребує знань теоретичного матеріалу, розуміння змісту дослідів і методик їх виконання.

Крім того необхідно, використовуючи рекомендовані підручники, посібники і довідники, підготувати перелік реакцій, які дають змогу довести якісний склад продукту синтезу.

Для кожного синтезу викладач визначає кількість продукту (масу), на базі чого студент виконує розрахунки кількостей вихідних речовин (для кристалічних речовин визначає маси, для рідин – об'єми), необхідних для проведення синтезу. При цьому враховується ступінь чистоти реагентів, їх надлишок, тощо.

Після завершення синтезу студент визначає вихід продукту, обґрунтовує і виконує якісні реакції для підтвердження складу одержаної речовини.

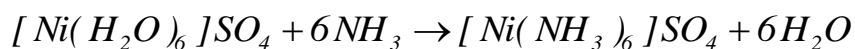
Оформлюючи лабораторний протокол, необхідно вказати назву роботи, навести рівняння хімічних реакцій, розрахунки кількостей вихідних речовин

(для кристалічних речовин визначення мас, для рідин – об'ємів), необхідних реактивів, матеріалів та хімічного посуду, записати порядок виконання роботи, спостереження, здійснити розрахунок виходу продукту синтезу, підтвердити склад одержаної речовини. Протокол завершується висновками, які відображають суть одержаних результатів.

1.1. Приклад методики синтезу

Нехай завданням передбачено синтез 10 г сульфату гексаамінікелю(II). Ця комплексна сполука може бути синтезована за такою методикою: наважку кристалогідрату $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількості 25%-го водного розчину аміаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт у кількості, яка дорівнює об'єму реакційної суміші. Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Кристали, що утворилися, відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Комплексну речовину з лійки Бюхнера переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

Отже, синтез проходить у відповідності до реакції:



1.2. Приклад розрахунків

Завдання полягає у визначенні кількостей вихідних речовин для одержання 10 г продукту з урахуванням методики синтезу. Для цього доцільно користуватися такою послідовністю дій:

1. Визначити молярні маси вихідних речовин та продукту реакції:

$$M(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 262,7 \text{ г/моль}$$

$$M(\text{NH}_3) = 17 \text{ г/моль}$$

$$M([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4) = 256,7 \text{ г/моль}$$

2. Знайти кількість речовини продукту реакції:

за умовою потрібно отримати 10 г сульфату гексаамінікелю(II), що складає

$$n([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4) = \frac{m([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4)}{M([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4)} = \frac{10 \text{ г}}{256,7 \text{ г/моль}} = 0,039 \text{ моль}$$

3. Визначити кількість та масу $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ у відповідності до стехіометричних коефіцієнтів в рівнянні реакції:

$$n(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = n([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4) = 0,039 \text{ моль};$$

$$m(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = n(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = \\ = 0,039 \text{ моль} \cdot 262,7 \text{ г/моль} = 10,25 \text{ г}.$$

4. Знайти кількість та об'єм аміаку у відповідності до стехіометричних коефіцієнтів в рівнянні реакції:

$$n(\text{NH}_3) = 6 \cdot n([\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4) = 6 \cdot 0,039 \text{ моль} = 0,234 \text{ моль}.$$

Оскільки за методикою розчину аміаку потрібно взяти в кількості, подвійній проти стехіометричної:

$$n(\text{NH}_3) = 2 \cdot 0,234 \text{ моль} = 0,468 \text{ моль.}$$

$$m(\text{NH}_3) = n(\text{NH}_3) \cdot M(\text{NH}_3) = 0,468 \text{ моль} \cdot 17 \text{ г/моль} = 7,96 \text{ г.}$$

Для проведення синтезу використовується 25%-й водний розчин аміаку:

$$m(\text{розчину NH}_3) = \frac{m(\text{NH}_3)}{\omega(\text{NH}_3)} = \frac{7,96 \text{ г}}{0,25} = 31,84 \text{ г}$$

$$V(\text{розчину NH}_3) = \frac{m(\text{розчину NH}_3)}{\rho(\text{розчину NH}_3)} = \frac{31,84 \text{ г}}{0,91 \text{ г/см}^3} = 34,99 \text{ см}^3$$

Отже для синтезу $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4$ необхідно 10,25 г $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ та 35 мл 25%-го водного розчину аміаку.

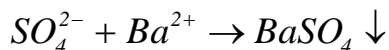
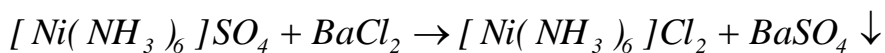
1.3. Підтвердження якісного складу

1. Якщо отримана комплексна сполука має забарвлення, слід пояснити його виникнення з позицій теорії кристалічного поля.

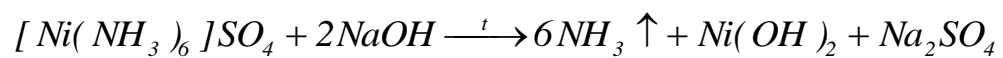
2. Пояснити значення рН розчину речовини, для чого необхідно навести рівняння реакцій її гідролізу або дисоціації.

3. Для підтвердження якісного складу отриманого продукту необхідно використовувати реакції обміну, окисно-відновні тощо.

Наприклад, якщо добутою речовиною є $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4$, наявність іону SO_4^{2-} можна довести утворенням осаду з катіоном Ba^{2+} :



Наявність у комплексі лігандів NH_3 можна довести проведенням якісної реакції з виділенням аміаку, що має характерний запах:



Наявність у комплексі катіона Ni^{2+} можна довести реакцією з аналітичним реагентом диметилглюксимом:

1.4. Правила роботи в хімічній лабораторії

1. Ретельно дотримуватись всіх вимог даного посібника та вказівок викладача.
2. Обережно поводитися з приладами та хімічним посудом.
3. Робоче місце утримувати у чистоті.
4. Під час виконання експерименту забороняється проводити будь-які досліди, не передбачені методикою.
5. Кристалічні речовини брати за допомогою фарфорових, пластикових або металевих лопаток (шпателів), які повинні бути чистими та сухими. Після використання їх необхідно вимити і висушити.
6. Всі експерименти з отруйними речовинами і речовинами з неприємним запахом виконувати у витяжній шафі.
7. Не нюхати газу, близько нахилившись до посуду. Це необхідно робити дуже обережно, спрямовуючи рукою потік повітря від посуду до себе.
8. Не куштувати на смак хімічні реактиви.
9. При нагріванні пробірки або посудини з реакційною сумішшю тримати їх у напрямку від себе і від людей, що знаходяться поруч.
10. При розведенні концентрованих кислот, особливо сірчаної, вливати кислоту в воду, а не навпаки.
11. Досліди з леткими та легкозаймистими речовинами проводити у витяжній шафі далеко від відкритого вогню.
12. Якщо на обличчя або руки попадуть бризки кислоти, їх слід змити великою кількістю води і потім промити слабким розчином соди (2%). Луги слід змивати водою до тих пір, поки шкіра, на яку вони попали, не

перестане бути слизькою, після чого промити розбавленим розчином оцтової кислоти (5%).

13. При попаданні реактивів в очі промити їх великою кількістю води і звернутися до лікаря.

14. При займанні речовини негайно загасити полум'я піском.

15. У разі опіку (полум'ям пальника або розпеченими предметами) треба змочити шкіру слабким розчином перманганату калію.

16. При сильних опіках і отруєннях необхідно негайно звернутися до лікаря.

17. Після закінчення роботи необхідно вимити посуд, прибрати своє робоче місце.

2. РОЗДІЛ 2

Основні лабораторні операції

2.1. Зважування

Для зважування в учбових лабораторіях використовуються технічні (точність до 1 г), техно-хімічні (точність до 0,01 г) та аналітичні (точність до 0,0001г) терези.

2.2. Вимірювання об'єму рідин

Для приблизного вимірювання об'єму рідин використовують мірні циліндри та мензурки, для точного – мірні колби, піпетки, бюретки (рис. 1). При використанні вимірювального посуду його слід розташовувати у вертикальному положенні і визначати об'єм рідини, розміщуючи око на одній горизонтальній прямій з поверхнею рідини.

При використанні піпеток рідина набирається за допомогою гумової груші трохи вище відмітки, верхній вихід швидко накривається сухим пальцем і надлишок рідини зливається до рівня відмітки. Після цього відміряний об'єм рідини виливається у реакційний посуд.

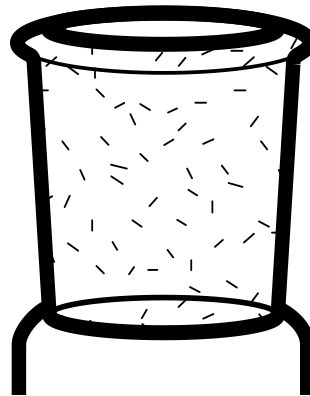


Рис. 1. Мірні циліндри, мензурка, мірна колба, піпетка, бюретка.

2.3. Розчинення

Перед приготуванням розчину слід дізнатися з довідника про розчинність речовини. Для прискорення розчинення твердих речовин їх подрібнюють, використовуючи ступки, які виготовляють з різних матеріалів (фарфору, агату, сталі, скла) та мають різні розміри (рис. 2). Кожна ступка складається з двох основних частин: власне ступки, в яку вміщують речовину, та пестика.

Для грубого подрібнення використовують металічні ступки: чавунні чи бронзові, але в них неможливо подрібнювати такі речовини, які мають більшу твердість, ніж метал ступки, або такі речовини, які можуть вступати в хімічну взаємодію з металом ступки. Тому кислі солі, тверді органічні кислоти та подібні їм речовини подрібнювати в металевих ступках не рекомендовано. Фарфорові ступки використовують для подрібнення не дуже великих шматочків речовин, твердість яких менша за твердість фарфора. В

аналітичних лабораторіях використовують агатові ступки. Агат має велику твердість і не забруднює речовину, яку подрібнюють.

Прискорення розчинення досягається перемішуванням суміші скляною паличкою, збовтуванням, нагріванням чи охолодженням (залежить від ентальпії розчинення).

Рис. 2. Ступки для подрібнення: фарфорова та агатова.

2.4. Нагрівання

Для нагрівання використовуються газові пальники (рис. 3), електронагрівальні прилади, спиртовки.

Нагрівання проводять на відкритому вогні, на азбестовій сітці або із застосуванням різних нагрівачів (повітряних, водяних, піщаних бань) (рис. 4). Банями користуються у випадках, коли процеси потрібно проводити за сталої температури або підвищувати температуру потрібно повільно.

Рис. 3. Газові пальники.

Рис. 4. Нагрівання на азбестовій сітці, на бані.

При прожарюванні речовин використовують електричні та муфельні печі.

2.5. Вимірювання температури

Багато процесів проходять за точно визначеної температури, і тоді виникає необхідність постійно її контролювати. Чистоту речовини визначають вимірюючи її температуру кипіння (для рідин) або температуру плавлення (для твердих речовин).

Для вимірювання температури використовують спеціальні прилади – термометри різних конструкцій та різного призначення. Існують рідинні термометри, в яких робочою рідиною є ртуть, спирт, пентан тощо. Великого поширення набувають термометри, засновані на використанні електричного

струму. До таких термометрів відносяться термометри опору, термоелектричні термометри, а також диференціальні термопари та оптичні пірометри.

Найчастіше в хімічних лабораторіях використовують рідинні термометри, переважно ртутні. Розрізняють два типи ртутних термометрів: трубчасті та паличкові (рис. 5).

Для вимірювання температури термометр вміщують у досліджуване середовище так, щоб він не торкався стінок та дна посудини. Необхідно, щоб резервуар та частина трубки термометра були занурені у рідину, температуру якої вимірюють.

Рис. 5. Трубчастий та паличковий ртутні термометри.

Правила користування термометрами

1. Перш ніж використовувати термометр, треба подивитись, на який інтервал температур він розрахований.
2. Термометр не можна нагрівати вище тієї температури, на яку він розрахований, і яка вказана на шкалі як гранична. Термометри, які нагрівають вище граничної температури, виходять з ладу.
3. Термометр потрібно підібрати таким чином, щоб найвища температура нагрівання була на 50-60 °С нижча за граничну.
4. Коли вимірюють температуру рідини або сипучого матеріалу, термометр занурюють у них так, щоб резервуар не торкався стінок та дна посудини, в якій знаходяться ці речовини.
5. Під час вимірювання температур кипіння рідин необхідно додатково враховувати барометричний тиск.
6. Показники термометру необхідно знімати, не виймаючи його з системи, температуру якої вимірюють.
7. Після роботи слід дозволити термометру поступово охолонути до кімнатної температури, витерти його, та, поклавши до футляру, прибрати на місце. У неробочому стані термометри потрібно зберігати у спеціальних картонних футлярах, на дно яких та під кришку кладуть вату. Під час зберігання у столах без футлярів на дно ящика треба покласти вату чи інший м'який матеріал.
8. З термометрами треба поводитися дуже обережно. Якщо розбився ртутний термометр і ртуть розлилася на підлогу або лабораторний стіл, потрібно ретельно її прибрати.

2.6. Випарювання

Випаровування застосовується, якщо потрібно підвищити концентрацію розчину або виділити тверду розчинену речовину. Випарюють розчин у фарфорових або скляних чашках. Рідину нагрівають, залежно від її властивостей, на азбестовій сітці або на різних нагрівачах. Коли під час випарювання з'являються кристали, розчин потрібно час від часу перемішувати для запобігання розбризкування рідини внаслідок перегріву. Також треба враховувати утворення пересичених розчинів під час охолодження розчинів, якщо розчинність речовини є значною.

2.7. Фільтрування

Фільтрування використовується для відокремлення твердих речовин від рідин.

Суть фільтрування: рідину, в якій знаходяться частинки твердої речовини, пропускають крізь пористу перетинку. Ця перетинка, що затримує тверді часточки, називається фільтром. Рідину, яку відокремлюють фільтруванням, називають фільтратом, а тверду речовину, яка залишається на фільтрі – осадом.

Фільтрування може проводитись з різною швидкістю. Швидкість фільтрування залежить від в'язкості рідини, температури, тиску, розміру та характеру частинок твердої речовини, яку відокремлюють від рідини, поруватості та товщини фільтра, площі фільтруючої поверхні.

Легше фільтруються рідини з малою в'язкістю. Тому швидкість фільтрування буде тим більшою, чим менше в'язкість рідини. В'язкість рідини зменшується при нагріванні, отже для полегшення фільтрування в'язкі розчини заздалегідь нагрівають і фільтрують гарячими.

У хімічних лабораторіях часто фільтрують, створюючи у приймачі для фільтрата зменшений тиск (вакуум). Виникає різниця між тиском над рідиною, яку фільтрують, і рідиною у приймачі. Швидкість фільтрування збільшується.

Швидкість фільтрування залежить від поруватості та товщини фільтруючої поверхні або матеріалу. Чим більші розміри пор, тим легше проходить рідина і тим більша швидкість фільтрування.

Вибір фільтруючого матеріалу залежить як від вимог до чистоти розчину, так і від його властивостей. Для фільтрів не можна використовувати такі матеріали, з якими рідина може хімічно взаємодіяти. Наприклад, луги, особливо концентровані, не можна фільтрувати крізь фільтри з пресованого скла, оскільки ці фільтри розчиняються в лугах та забруднюють їх. А також не можна користуватися фільтрувальним папером, бо він руйнується.

Паперові фільтри бувають звичайні та беззольні. На їх упаковці наводиться вага золи одного фільтра. Якщо після коми стоять чотири нулі – фільтри називають беззольними (наприклад, 0,00007 г), якщо – три нулі – звичайними (наприклад, 0,0003 г).

Фільтри відрізняються також за щільністю паперу. На упаковках це позначається кольором стрічок: фільтри високої проникності – рожева або чорна стрічка, середньої проникності – біла стрічка, щільні фільтри – синя стрічка.

Фільтрування можна проводити різними способами. Вибір способів залежить від характеру рідин, що підлягають фільтруванню та властивостей осадів.

Для фільтрування за кімнатної температури та звичайного тиску використовують скляні лійки. Їх закріплюють у кільці штатива, в лійку

вміщують фільтруючий матеріал, під лійку - приймач для фільтрата (рис. 6). Звичайний паперовий фільтр вміщують у скляну лійку так, щоб він не досягав верхнього її краю на 0,5 см та щільно прилягав до її стінок, змочують дистильованою водою або іншим розчинником (якщо фільтрується неводний розчин). Далі на фільтр переносять рідину з осадом. Рівень рідини у фільтрі не повинен доходити до краю фільтра на 5-10 мм.

В тих випадках, коли потрібно фільтрувати гарячі розчини, використовують гаряче фільтрування. Для цього потрібна металева двохстінна лійка з боковим паростком (рис. 7). Крізь отвір у верхній частині лійки в простір між стінками наливають гарячу воду. Під час фільтрування в лійку для гарячого фільтрування вміщують скляну лійку з паперовим фільтром і пальником нагрівають боковий паросток до кипіння води. Таким чином, під час фільтрування постійно підтримується висока температура і розчин, який фільтрується, не охолоджується. Гаряче фільтрування використовують при перекристалізації різноманітних органічних і неорганічних речовин. Його застосовують також у тих випадках, коли розчинність речовини в гарячому розчиннику значно більша її розчинності в холодному. Коли використовують лійку для гарячого фільтрування з газовим пальником, фільтрувати розчини в органічних розчинниках потрібно тільки за умови відсутності відкритого полум'я. Для підтримки заданої температури необхідно міняти воду по мірі її охолодження.

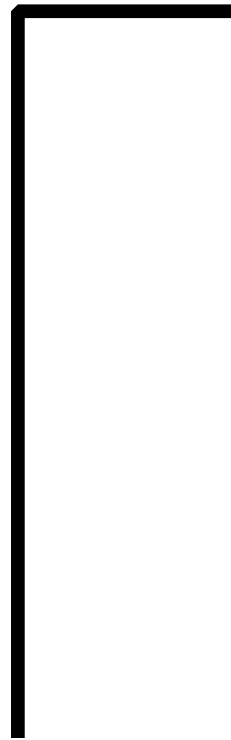


Рис. 6. Фільтрування за звичайних умов.

Рис. 7. Гаряче фільтрування.

У тих випадках, коли фільтрування потрібно провести швидко, але за звичайних умов це важко здійснити, користуються фільтруванням за зниженого тиску (під вакуумом). Для цього збирають прилад, який складається з фарфорової лійки Бюхнера, колби Бунзена, запобіжної склянки та вакуум-помпи (рис. 8). Часто замість лійок Бюхнера, для фільтрування використовують фільтри з пластиною з поруватого скла (фільтри Шотта).

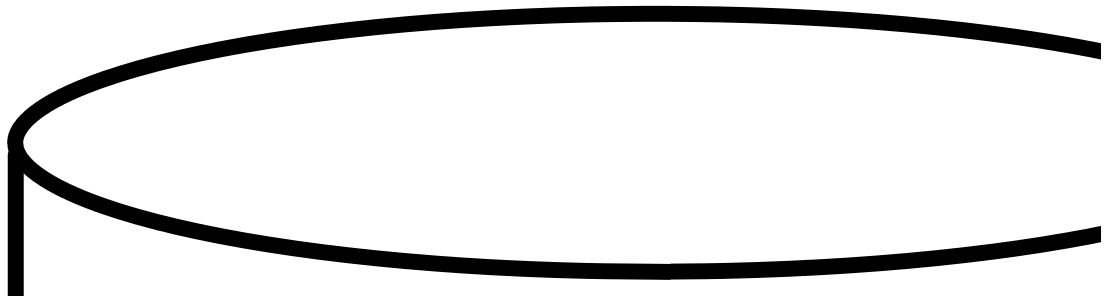


Рис. 8. Фільтрування під вакуумом.

Перед тим, як почати фільтрування, вмикають вакуум-помпу, потім вміщений у лійку фільтр змочують дистильованою водою. Збовтують рідину з осадом та виливають у лійку. Осад на фільтрі для кращого відокремлення від рідини рівномірно розподіляють по поверхні сітчастого дна лійки та

ущільнюють будь-якою чистою пласкою поверхнею (наприклад, паперовим фільтром).

Для відокремлення від рідини осадів, що добре відстоюються, часткове відокремлення рідини від осаду може бути досягнуто зливанням рідини з осілого осаду (цей процес називають декантацією).

2.8. Вимірювання густини рідин

Визначення відносної густини рідин здійснюють за допомогою:

1. ареометрів;
2. пікнометрів;
3. терезів.

Розглянемо детально перший спосіб.

Ареометр – скляна трубка, у нижній частині якої знаходиться розширення, заповнене свинцевим дробом, ртуттю чи іншою речовиною. Всередині трубки є шкала з поділками, яка показує значення густини. Іноді ареометри обладнані термометром, щоб вимірювати температуру, за якої знімають показники густини. Значення густини залежать від температури. Якщо значення густини виміряні не за стандартної температури, необхідно вводити поправку.

Для визначення густини ареометром необхідно у скляний циліндр (без поділок) налити рідину, яку досліджують, обережно опустити у рідину ареометр. Він не повинен торкатися стінок циліндру (рис. 9). Поділка, яка збігається з рівнем верхнього меніску рідини, вказує значення густини рідини, яку досліджують. Виміряну густину приводять до нормальної температури. Залежності густини від концентрації та температури розчинів наведені в довідниках.

Рис. 9. Визначення густини рідини ареометром.

2.9. Кристалізація

Кристалізацією називається виділення речовини із розчину у вигляді кристалів. Кристалізацію можна проводити концентруванням розчину (напр. випарюванням (див. стор. 11)) чи змінюючи температуру насиченого розчину в залежності від теплового ефекту розчинення твердих речовин.

Ця процедура використовується також для додаткового очищення кристалічних речовин (перекристалізація). Якщо розчинність твердих речовин збільшується при підвищенні температури, то виділення кристалів відбувається під час охолодження розчину. У такому випадку кристали розчиняють при підвищеній температурі до утворення насиченого розчину, який потім поступово охолоджують. Утворені кристали відокремлюють від розчину фільтруванням. Якщо розчинність твердої речовини зменшується зі збільшенням температури, то кристали розчиняють при зниженій температурі до утворення насиченого розчину, який потім нагрівають. Утворені кристали

відокремлюють фільтруванням через фільтр з підігрівом (гаряче фільтрування) (див. стор. 12, рис. 13).

Вибір розчинника і температури нагрівання базується на врахуванні властивостей певної речовини і домішок (розчинність, стійкість, тощо).

2.10. Дистиляція (перегонка)

При нагріванні рідини підвищується її температура і тиск насиченої пари. Підвищення температури і тиску відбувається доти, доки тиск пари не зрівняється з зовнішнім тиском. За цієї умови температура досягне деякого певного значення (температура кипіння) і рідина закипає.

Якщо охолоджувати пару, що утворилася при нагріванні рідини, вона конденсується, знову утворюється рідина (дистилят чи конденсат).

Температура кипіння рідини залежить від природи речовини та зовнішнього тиску. Чим менший зовнішній тиск, тим нижче температура кипіння рідини.

Зниження температури кипіння при зменшенні зовнішнього тиску дає можливість проводити дистиляцію речовин, які розкладаються за атмосферного тиску (перегонка під вакуумом).

Багато сумішей можна розділити на окремі компоненти методом перегонки, оскільки їхні температури кипіння розрізняються. Але існують суміші, які звичайною перегонкою розділити не можна. Такі суміші називають азеотропними.

Перегонка, або дистиляція, є одним з методів очищення з метою отримання хімічно чистої речовини.

Розрізняють три методи перегонки:

1. за звичайного тиску;
2. вакуум-перегонка;
3. перегонка з водяною парою.

Перегонку за звичайного тиску можна проводити лише тоді, коли рідина витримує нагрівання без розкладу.

Для перегонки збирають прилад, який складається з круглодонної колби-куба, холодильника та колби-приймача. Крім того, потрібен термометр, розрахований на відповідну температуру (рис. 10).

1. Колба-куб круглодонна.
2. Насадка Вюрца.
3. Термометр.
4. Холодильник Лібіха.
5. Алонж.
6. Колба-приймач круглодонна.

Рис. 10. Дистиляція.

Колбу-куб нагрівають на водяній чи масляній бані. Особлива обережність потрібна, якщо дистилюють вогнебезпечні речовини. Їх слід переганяти, використовуючи для нагрівання електричні нагрівальні пристрої.

2.11. Сублімація (возгонка)

Деякі тверді речовини мають здатність при нагріванні за певних умов перетворюватись на пару, не плавлячись. Наприклад, лід, який знаходиться під тиском нижчим, ніж тиск насиченої пари у потрібній точці, при ізобарному нагріванні (за сталого тиску) переходить безпосередньо у пару. Цей процес називається сублімацією. При охолодженні пари протікає зворотній процес – утворення твердої речовини, оминаючи рідку фазу.

Цю властивість речовин, наприклад, йоду, сірки, нафталіну, антрацену та інших, використовують для їх очищення, обираючи необхідні умови.

В залежності від природи речовин їх сублімацію проводять як за звичайного, так і за зниженого тиску.

Обладнання для сублімації включає нагрівач та охолоджувану поверхню, на якій відбувається перехід речовини з пари у кристалічну фазу (рис. 11).

Рис. 11. Сублімація за звичайного тиску.

2.12. Сушіння

Способи сушіння речовин залежать від їх властивостей та агрегатного стану.

Негігроскопічні тверді речовини можна сушити на відкритому повітрі, розташовуючи їх тонким шаром на фільтрувальному папері (потрібно накрити для захисту кристалів від пилу другим листом паперу). Підвищення температури прискорює сушіння, але може призвести до руйнування речовини.

Для сушіння і зберігання гігроскопічних речовин використовують ексикатори (рис. 12), на дно яких вміщують речовини, що поглинають вологу (прожарений безводний хлорид кальцію, концентровану сульфатну кислоту, фосфорний ангідрид та ін.). Кришка ексикатора притерта. Для забезпечення

герметичності притерту поверхню змащують мастилом. Для прискорення сушіння використовують вакуум – ексикатори (рис. 12).

Сушіння за нагрівання виконують у сушильних шафах.

Рідкі речовини та неводні розчини зневоднюють, засипаючи в них на кілька годин або діб водопоглинаючі реагенти (безводний CaCl_2 , P_2O_5 , Na_2SO_4 , KOH , тощо). Вибір таких реагентів визначається природою речовин та вимогами до глибини зневоднення. Після цього рідину відокремлюють фільтруванням та переганяють.

Рис. 12. Ексикатори.

Для очищення та сушіння газів їх пропускають крізь спеціально підібрані розчини або над твердими речовинами. Для цього використовують склянки Тищенко та Дрекселя з концентрованою сульфатною кислотою (рис. 13), колонки і трубки для сушіння газів, що заповнені твердими водопоглинаючими речовинами (CaCl_2 , P_2O_5 , KOH , натронним вапном $\text{CaO} + \text{NaOH}$). Обираючи речовину для осушення, враховують хімічні

властивості газів, тобто виключають можливість хімічної взаємодії газів з осушувачем.

Рис. 13. Склянки Тищенко та Дрекслея.

2.13. Одержання газів

Для одержання газів (водню, вуглекислого газу, сірководню, інших) використовують апарат Кіппа (рис. 14). Принцип роботи апарата: розчин кислоти, наприклад хлоридної, знизу поступає в середню частину приладу, в якій знаходиться тверда речовина. Тверда речовина взаємодіє з кислотою з утворенням газу, який виділяється крізь газовідвідну трубку з краном. Якщо кран на газовідвідній трубці закрити, тиском газу, який утворюється, кислота витісняється через нижню частину приладу в сполучену з ним шароподібну лійку. В результаті цього реакція між твердою речовиною та кислотою припиняється.

Швидкість реакції утворення газу в апараті Кіппа залежить від швидкості відведення утвореного газу. Це регулюється краном на газовідвідній трубці, що утримує кислоту на потрібному рівні.

Після одержання газів часто виникає необхідність їх сушіння (див. стор. 19) та очищення. Наприклад, при одержанні вуглекислого газу за допомогою апарата Кіппа його послідовно пропускають через дві склянки Тищенко, з яких перша заповнена водою для очищення вуглекислого газу від хлороводню, друга – концентрованою сульфатною кислотою для сушіння газу (рис. 15).

Рис. 14. Апарат Кіппа.

Рис. 15. Одержання, очищення та сушіння вуглекислого газу.

Рис. 16. Охолодження.

3. РОЗДІЛ 3

Синтези неорганічних речовин

Добування комплексних сполук

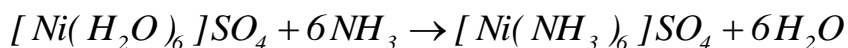
3.1.1. Сульфат тетраамінкупруму(II)



Порядок виконання роботи: наважку мідного купоросу $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (розрахунок див. на стор. 4) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількості 25 %-го водного розчину аміаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює половині об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом (рис. 16, стор. 34) 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: $M([\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4) = 227,61 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина темно-синього кольору, на повітрі стійка, розчинна у воді.

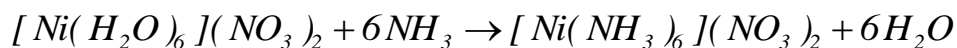
3.1.2. Сульфат гексаамінікелю(II)



Порядок виконання роботи: наважку кристалогідрату $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ (розрахунок див. на стор. 4) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількості 25 %-го водного розчину аміаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують 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: $M([Ni(NH_3)_6]SO_4) = 256,77 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина від блідо-лілового до темно-синього кольору (в залежності від розміру кристалів), розчинна у гарячій воді, на повітрі стійка.

3.1.3. Нітрат гексаамінікелю(II)

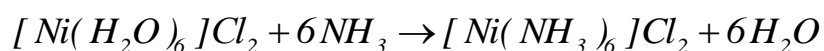


Порядок виконання роботи: наважку кристалогідрату $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (розрахунок див. на стор. 4) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількості 25 %-го водного розчину аміаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму

реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Синтезовану комплексну сполуку переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

Властивості: $M([Ni(NH_3)_6](NO_3)_2) = 284,72 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина синього кольору, на повітрі стійка, розчинна у воді.

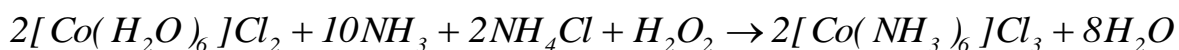
3.1.4. Хлорид гексаамінікелю(II)



Порядок виконання роботи: наважку кристалогідрату $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (розрахунок див. на стор. 4) вміщують у хімічну склянку і додають подвійну проти стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину аміаку (густина $0,91 \text{ г/см}^3$). Суміш перемішують скляною паличкою до повного розчинення солі. До розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші). Склянку охолоджують льодом протягом 30 хвилин. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту. Синтезовану комплексну сполуку переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

Властивості: $M([Ni(NH_3)_6]Cl_2) = 231,62 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина блакитного кольору, на повітрі стійка, розчинна у воді.

3.1.5. Хлорид гексаамінкобальту(III)

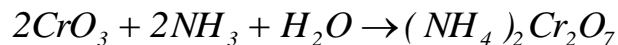


Порядок виконання роботи: наважку $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (розрахунок див. на стор. 4) розчиняють у мінімальному об'ємі води і додають подвійну проти стехіометричної кількість 25 %-го водного розчину аміаку, стехіометричну кількість хлориду амонію і розтерте активоване вугілля ($\approx 2\%$ від загальної маси реакційної суміші). Суміш добре перемішують і при охолодженні додають по краплях стехіометричну кількість 30 %-го водного розчину пероксиду гідрогену. Реакційну суміш нагрівають протягом 5 хвилин на водяній бані. Далі розчин нейтралізують 5 %-м розчином хлоридної кислоти до нейтральної реакції, охолоджують і відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера) вугілля і кристали комплексної сполуки. Суміш на фільтрі промивають теплою водою, в якій розчинено кілька крапель хлоридної кислоти. Фільтрат нагрівають до $80\text{ }^\circ\text{C}$ і додають 30 %-й розчин хлоридної кислоти, поки не з'явиться стійка каламуть. Після цього суміш поступово охолоджують, осад комплексної сполуки відокремлюють фільтруванням під вакуумом (фільтр Шотта) і промивають на фільтрі ізопропіловим спиртом. Синтезовану комплексну сполуку переносять на фільтрувальний папір, висушують на повітрі.

Властивості: $M([Co(NH_3)_6]Cl_3) = 267,29\text{ г/моль}$; кристалічна речовина темно-червоного або бурого кольору, на повітрі стійка, розчинна у воді.

3.2. Добування солей

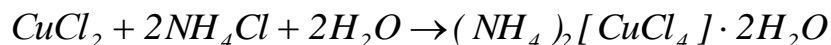
3.2.1. Дихромат амонію



Порядок виконання роботи: заздалегідь готують водний розчин хромової кислоти ($\omega(CrO_3) = 60\%$). Цей розчин охолоджують до 8-10 °С і до нього, постійно перемішуючи, невеликими порціями додають стехіометричну кількість 25 %-го водного розчину аміаку (густина 0,91 г/см³) до рН = 5, слідкуючи, щоб температура не підіймалась вище 15 °С. Реакційну суміш охолоджують до 10 °С. Кристали, що утворилися, відокремлюють фільтруванням під вакуумом (фільтр Шотта), промивають льодяною водою, висушують на повітрі.

Властивості: $M((NH_4)_2Cr_2O_7) = 252,06$ г/моль; кристалічна речовина помаранчевого кольору, добре розчинна у воді, стійка на повітрі.

3.2.2. Тетрахлорокупрат(II) амонію, кристалогідрат



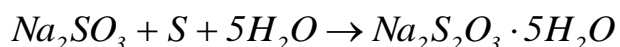
Порядок виконання роботи: готують насичені водні розчини хлориду амонію (за температури 50 °С) та хлориду купруму(II) (за кімнатної температури), взятих у стехіометричних кількостях. Розчин хлориду амонію додають до розчину хлориду купруму(II). Реакційну суміш переносять у фарфорову чашку і випаровують на водяній бані до утворення кристалів продукту. Після цього реакційну суміш охолоджують льодом, продукт

відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), переносять на фільтрувальний папір і висушують за кімнатної температури на повітрі.

Властивості: $M((NH_4)_2[CuCl_4] \cdot 2H_2O) = 277,47 \text{ г / моль};$

кристалічна речовина блакитно-зеленого кольору, розчинна у воді, стійка на повітрі.

3.2.3. Тіосульфат натрію



Порядок виконання роботи: наважку сульфіту натрію розчиняють у мінімальній кількості дистильованої води. Наважку порошку сірки, взяту з 10 %-м надлишком у порівнянні із стехіометричною кількістю, змочують кількома краплями ізопропанолу і переносять її в розчин сульфіту натрію. Реакційну суміш кип'ячать на невеликому полум'ї пальника протягом 10-15 хвилин, постійно перемішуючи скляною паличкою. Отриману суспензію фільтрують, фільтрат переносять у фарфорову чашку і на невеликому полум'ї пальника випаровують до сиропоподібного стану, після чого охолоджують до кімнатної температури. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера).

Властивості: $M(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 248,19 \text{ г / моль};$ безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі; розчинна у воді, не розчинна в спиртах.

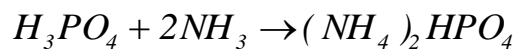
3.2.4. Дигідрофосфат калію



Порядок виконання роботи: наважку гідроксиду калію (вміст чистої речовини 98 %) вміщують у хімічну склянку і розчиняють у мінімальній кількості дистильованої води, перемішуючи скляною паличкою. Стехіометричну кількість 85 %-ї ортофосфатної кислоти (густина 1,65 г/см³) відміряють мірним циліндром і розбавляють таким же об'ємом води. Розчин луку поступово при перемішуванні (обережно !) вливають у розчин кислоти. Реакційну суміш переносять у фарфорову чашку і випарюють на водяній бані до утворення кристалів і охолоджують льодом. Кристали продукту відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), переносять на фільтрувальний папір і висушують на повітрі.

Властивості: $M(KH_2PO_4) = 136,09$ г/моль; безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі; розчинна у воді, не розчинна в спиртах.

3.2.5. Гідрофосфат амонію

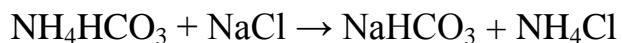
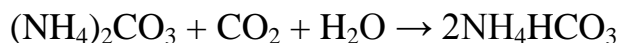


Порядок виконання роботи: потрібний для реакції об'єм 85 %-ї ортофосфатної кислоти (густина 1,65 г/см³) вміщують у хімічну склянку і краплинами при перемішуванні (обережно !) додають надлишок у 1,3 рази проти стехіометричного 25 %-го водного розчину аміаку (густина 0,91 г/см³). Одержаний розчин, який 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: $M((NH_4)_2HPO_4) = 132,06 \text{ г/моль}$; безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі; розчинна у воді.

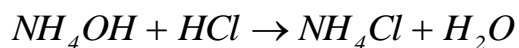
3.2.6. Карбонат натрію (кальцинована сода) Na_2CO_3



Порядок виконання роботи: готують 30 %-й водний розчин хлориду натрію. До нього додають стехіометричну кількість карбонату амонію, розчиненого у мінімальній кількості води. Суміш переносять у скляний циліндр і насичують її сильним струменем вуглекислого газу з апарату Кіппа протягом 20 хвилин. Рідина мутніє і з неї випадає осад гідрокарбонату натрію. Осад відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера) і промивають холодною водою. Осад переносять у фарфорову чашку і прожарюють на полум'ї газового пальника.

Властивості: $M = 105,99 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина білого кольору; стійка на повітрі, розчинна у воді.

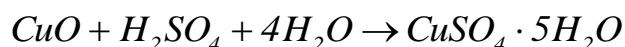
3.2.7. Хлорид амонію



Порядок виконання роботи: нейтралізують, постійно помішуючи скляною паличкою, 25 %-й розчин аміаку (густина 0,91 г/см³) 15 %-ю хлоридною кислотою в хімічній склянці, що охолоджується льодом (при цьому слідкують, щоб середовище було слабколужним). Якщо після додавання хлоридної кислоти залишається осад, то розчин нагрівають до кипіння і фільтрують під вакуумом (лійка Бюхнера). Фільтрат переносять у фарфорову чашку, випаровують на водяній бані до появи кристалічної плівки і охолоджують льодом. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом. Промивають невеликою кількістю холодної дистильованої води і висушують на повітрі.

Властивості: $M(NH_4Cl) = 53,49$ г/моль; безбарвна кристалічна речовина, стійка на повітрі, розчинна у воді.

3.2.8. Сульфат купруму(II) пентагідрат



Порядок виконання роботи: наважку оксиду купруму(II) розчиняють при постійному перемішуванні у 10 %-му водному розчині сульфатної кислоти, взятому в 15 %-му надлишку у порівнянні із стехіометричною кількістю. Якщо необхідно, розчинення проводять при невеликому нагріванні (50 °С). Отриманий розчин охолоджують до кімнатної температури, додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші).

Утворені кристали відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають невеликою кількістю ізопропілового спирту, висушують на повітрі.

Властивості: $M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,68 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина синього кольору, стійка на повітрі, розчинна у воді.

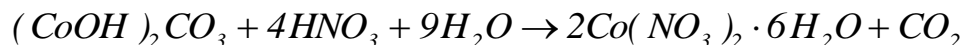
3.2.9. Основний карбонат купруму(II)



Порядок виконання роботи: до 15 %-го розчину ацетату купруму(II) додають стехіометричну кількість 8 %-го розчину карбонату калію. Реакційну суміш нагрівають до 100 °С. Охолоджують, утворений осад промивають водою методом декантації, відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера). Продукт висушують у сушільній шафі при 120-130 °С.

Властивості: $M((\text{CuOH})_2\text{CO}_3) = 221,11 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина світло-зеленого кольору; стійка на повітрі; не розчинна у воді та спиртах.

3.2.10. Нітрат кобальту(II) гексагідрат

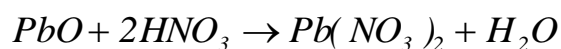


Порядок виконання роботи: необхідний об'єм 10 %-ї нітратної кислоти вносять у хімічну склянку та додають невеликими порціями при постійному перемішуванні основний карбонат кобальту(II) до припинення його розчинення. Якщо потрібно, суміш підігрівають на водяній бані до припинення виділення газу. Потім реакційну суміш фільтрують, фільтрат

переносять у випарну чашку, додають 5 мл 10 %-ї нітратної кислоти та випаровують на водяній бані до зменшення об'єму розчину приблизно у 4 рази. Розчин охолоджують льодом. Утворені кристали відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (фільтр Шотта), промивають невеликою (≤ 1 мл) кількістю ізопропілового спирту чи ацетону, висушують у фарфоровій чашці при температурі 50 °С (сушильна шафа).

Властивості: $M(\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 291,03 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина червоного кольору; стійка на повітрі; розчинна у воді, спиртах.

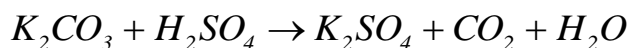
3.2.11. Нітрат плюмбуму(II)



Порядок виконання роботи: наважку оксиду плюмбуму(II) вміщують у хімічну склянку і розчиняють у 10 %-му водному розчині нітратної кислоти, яка береться у 5 %-му надлишку у порівнянні із стехіометричною кількістю. Отриманий розчин переносять у випарну чашку і випарюють на водяній бані до утворення кашоподібної маси, після чого реакційну суміш охолоджують льодом, кристали відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера) та висушують в сушильній шафі при температурі 100 °С протягом 10-15 хвилин.

Властивості: $M(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2) = 331,20 \text{ г/моль}$; безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі; розчинна у воді.

3.2.12. Сульфат калію



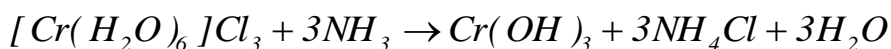
Порядок виконання роботи: наважку карбонату калію вміщують у хімічну склянку і розчиняють, постійно перемішуючи, у 20 %-й сульфатній кислоті, взятій у 5 %-му надлишку в порівнянні із стехіометричною кількістю. Розчин кислоти додають повільно, уникаючи бурхливого виділення газу. Отриманий розчин повинен мати слабкокисло реакцію.

Потім до отриманого розчину додають ізопропіловий спирт (об'єм спирту дорівнює об'єму реакційної суміші) і залишають на 45 хвилин. Утворені кристали відокремлюють фільтруванням (лійка Бюхнера), висушують у сушильній шафі за температури 80 °С.

Властивості: $M(K_2SO_4) = 172,26$ г/моль; безбарвна кристалічна речовина; стійка на повітрі, розчинна у воді.

3.3. Добування гідроксидів металів

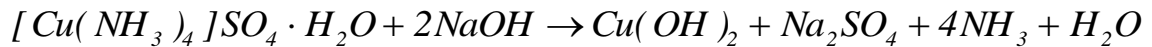
3.3.1. Гідроксид хрому(III)



Порядок виконання роботи: наважку гексагідрату хлориду хрому(III) розчиняють у мінімальній кількості дистильованої води (розчинність $CrCl_3 \cdot 6H_2O$ за 25 °С становить 58,7г/100г води) і додають 25 %-й водний розчин аміаку в кількості у 1,5 рази більше стехіометричної. Утворений осад відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), тричі промивають дистильованою водою на фільтрі і висушують на повітрі.

Властивості: $M(\text{Cr}(\text{OH})_3) = 103,02 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина сіро-зеленого кольору, стійка на повітрі, не розчинна у воді.

3.3.2. Гідроксид купруму(II)

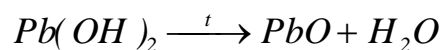
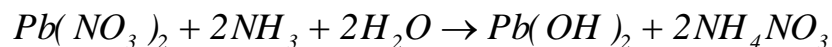


Порядок виконання роботи: наважку сульфату тетраамінкупруму(II) розчиняють у невеликій кількості дистильованої води і додають краплями стехіометричну кількість 50 %-го водного розчину гідроксиду натрію. Утворений осад відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають на фільтрі теплою водою (40 °С), висушують на повітрі.

Властивості: $M(\text{Cu}(\text{OH})_2) = 97,55 \text{ г/моль}$; дрібний порошок синього кольору, стійка на повітрі, не розчинна у воді, розчиняється у присутності аміаку.

3.4. Добування оксидів металів

3.4.1. Оксид плюмбуму(II)



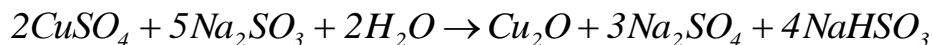
Порядок виконання роботи: наважку нітрату плюмбуму(II) розчиняють при постійному перемішуванні у мінімальній кількості води і додають до отриманого розчину 25 %-й водний розчин аміаку у кількості, що в 1,5 рази

перевищує стехіометричну. Отриманий осад відокремлюють від рідини фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають дистильованою водою та переносять його у випарну чашку, розподіляючи його тонким шаром по внутрішній поверхні чашки. Чашку залишають на 15 хвилин у сушильній шафі за температури 100 °С, потім переносять у муфельну піч та прожарюють 40 хвилин за температури 650 °С. Отриманий продукт швидко охолоджують на повітрі.

Властивості: $M(\text{PbO}) = 223,20 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина жовтого кольору; стійка на повітрі; не розчинна у воді, спиртах.

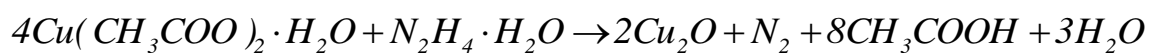
3.4.2. Оксид купруму(І)

Варіант 1.



Порядок виконання роботи: до гарячого насиченого розчину сульфату купруму(ІІ) швидко додають насичений гарячий розчин сульфїту натрію в стехіометричній кількості, перемішують, нагрівають протягом 1 години, потім додають розведений розчин гідроксиду натрію з розрахунку 1 моль NaOH на 1 моль CuSO_4 , і знову ретельно перемішують, витримують 20 хвилин. Утворений осад промивають за допомогою декантації холодною дистильованою водою 3 рази. Осад відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають 2 рази дистильованою водою на фільтрі, переносять у фарфорову чашку, висушують при 50-60 °С (сушильна шафа).

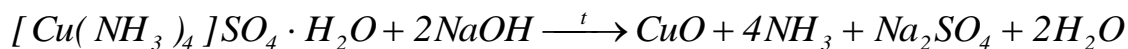
Варіант 2.



Порядок виконання роботи: до концентрованого розчину ацетату купрум(II) додають стехіометричну кількість 2 %-го розчину гідрату гідразину ($\rho=1,0013\text{г/см}^3$). Додавання надлишку гідразину слід уникати, інакше відновлення може призвести до утворення металічної міді. Колір розчину стає спочатку зеленим, з розчину виділяється азот і після відстоювання з нього виділяється жовти або жовто-померанчовий осад Cu_2O . Осад відокремлюють фільтруванням під вакуумом (воронка Бюхнера), промивають на фільтрі спочатку водою, а потім невеликою кількістю ізопропілового спирту. Осад переносять у фарфорову чашку, висушують при 50-60 °C (сушильна шафа).

Властивості: $M(\text{Cu}_2\text{O})=143,09 \text{ г/моль}$; кристалічна речовина від жовтого до червоного кольору, стійка на повітрі, не розчинна у воді.

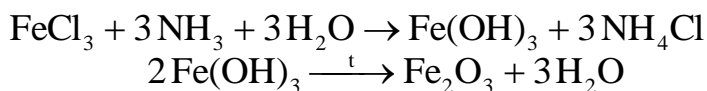
3.4.3. Оксид купруму(II)



Порядок виконання роботи: усі стадії синтезу проводяться у витяжній шафі! Великий об'єм дистильованої води ($m([Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O)/V(H_2O) = 1/70$) доводять до кипіння і додають невеликими порціями за постійного перемішування наважку $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$. Розчин кип'ятять 10-15 хвилин, додають розчин гідроксиду натрію, ретельно перемішують, нагріваючи ще 10-15 хвилин. Після чого реакційну суміш охолоджують до 50 °С. Утворений осад відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають на фільтрі дистильованою водою, переносять у фарфорову чашку і прожарюють 1 годину за температури 350 °С.

Властивості: $M(CuO) = 79,55$ г/моль; кристалічна речовина чорного кольору; стійка на повітрі; не розчинна у воді та спиртах.

3.4.4. Оксид феруму(III)



Порядок виконання роботи: наважку хлориду феруму(III) розчиняють у мінімальній кількості дистильованої води. Якщо потрібно, розчин фільтрують. Фільтрат підігрівають до 50-60 °С, додають 25%-й розчин аміаку в кількості, що в 1,1 рази перевищує стехіометричну (до слабколужної реакції). Утворений осад промивають декантацією гарячою водою (2-3 рази),

відокремлюють фільтруванням під вакуумом (лійка Бюхнера), промивають на фільтрі водою (до повного видалення іонів Cl^-). Осад переносять у фарфоровий тигель, висушують у сушильній шафі і прожарюють у муфельній печі за температури $700\text{ }^\circ\text{C}$ протягом 1 години.

Властивості: $M(Fe_2O_3) = 159,69\text{ г/моль}$; кристалічна речовина червоно-коричневого кольору, стійка на повітрі, не розчинна у воді.

Література:

1. Ключников Н.Г. Руководство по неорганическому синтезу. –М.: Химия, 1965.
2. Балезин С.А., Разумовский Г.С., Филько А.И. Практикум по неорганической химии. –М.: Советская наука, 1951.
3. Практикум по неорганической химии. Ред. Воробьев А. –М.: Химия, 1984.
4. Ключников Н.Г. Практикум по неорганическому синтезу. –М.: Просвещение, 1979.
5. Синтезы неорганических соединений. Ред. Джоли У. –М.: Мир, 1970.
6. Б.Д. Степин, И.Г. Горштейн и др. Методы получения особо чистых неорганических веществ. Л.: Химия, 1969.
7. Ю.В. Карякин, И.И. Ангелов. Чистые химические вещества. –М.: Химия, 1974.
8. Новаковский В.М. Лабораторные работы по химии комплексных соединений. –Харьков: ХГУ, 1964.
9. Новаковский В.М., Тихонов Н.С., Шергин Н.П., Плокин С.Я. Лабораторный практикум по общей химии. Под ред. Погодина С.А. –М.: Высшая школа, 1972.
10. Аноганикум. Т. 1,2. Под ред. Л.Кольдиц. –М.: Мир, 1984.
11. Г. Борнеман. Неорганические препараты. –Л.: Госхимтехиздат, 1933.
12. А.И.Жиров. Практикум курса "Химия элементов" (с основами качественного анализа)".

13. Лернер И.М., Гонор А.А. Указатель препаративных синтезов неорганических, комплексных и элемент - органических соединений. – Л.:Химия, 1986.
14. Неорганические синтезы. Под ред. Д.И. Рябчикова. Перевод Е.А. Терентьевой. –М.: Иностранная литература, 1951.
15. З.Г. Васильева, А.А. Грановская, А.А. Таперова. Лабораторные работы по общей и неорганической химии. –Л.: Химия, 1986.
16. Практикум по неорганической химии. Под ред. В.П. Зломанова. - М.: Издательство МГУ, 1994.
17. М.А. Иванова, М.А. Кононова. Химический демонстрационный эксперимент. –М.: Высшая школа, 1969.
18. Б.Д. Степин. Техника лабораторного эксперимента в химии. Учебное пособие для вузов. –М.: Химия,1999.
19. П.И. Воскресенский. Начала техники лабораторных работ. –М.: Госхимиздат, 1963.
20. З.Г. Васильева, А.А. Грановская, Е.П. Макарычева, А.А. Таперова, Е.Э. Фриденберг. Лабораторный практикум по общей химии. –М., Л.: Химия, 1965.

ДОДАТКИ

Назви деяких простих речовин і елементів (ДСТУ 2439-94)

(назви інших елементів і простих речовин збігаються)

Символи елементів	Назви елементів	Назви простих речовин
H	Гідроген	Водень
C	Карбон	Алмаз, графіт, вуглець
N	Нітроген	Азот
O	Оксиген	Кисень, озон
F	Флуор	Фтор
S	Сульфур	Сірка
Fe	Ферум	Залізо
Ni	Нікол	Нікель
Cu	Купрум	Мідь
Ag	Аргентум	Срібло
Sn	Станум	Олово
I	Іод	Йод
Hg	Меркурій	Ртуть
Pb	Плюмбум	Свинець
Au	Аурум	Золото

Кислоти

Хімічна формула	Тривіальна назва	Систематична назва
HCl	хлороводнева	хлоридна
HClO ₄	хлорна	перхлоратна
H ₂ SO ₄	сірчана	сульфатна
H ₂ SO ₃	сірчиста	сульфітна
H ₂ S	сірководнева	сульфідна
HNO ₃	азотна	нітратна
HNO ₂	азотиста	нітритна
H ₂ SiO ₃	мета-кремнієва	м-силікатна
H ₂ CO ₃	вугільна	карбонатна
H ₃ PO ₄	орто-фосфорна	о-фосфатна
CH ₃ COOH	оцтова	ацетатна

Розчинність кислот, основ та солей у воді (р – розчиняється, н – не розчиняється, м – мало розчиняється, '-' – не існує або розкладаються водою)

Іони	OH^-	NO_3^-	Cl^-	Br^-	I^-	S^{2-}	SO_3^{2-}	SO_4^{2-}	CO_3^{2-}	SiO_3^{2-}	PO_4^{3-}	CH_3COO^-
H^+	-	р	р	р	р	р	р	р	р	н	р	р
NH_4^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р
K^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р
Na^+	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р	р
Ag^+	-	р	н	н	н	н	н	н	н	-	н	р
Ba^{2+}	р	р	р	р	р	-	н	н	н	н	н	р
Mg^{2+}	н	р	р	р	р	-	н	р	н	н	н	р
Zn^{2+}	н	р	р	р	р	н	н	р	н	н	н	р
Cu^{2+}	н	р	р	р	-	н	-	р	-	н	н	р
Hg^{2+}	-	р	р	м	н	н	-	р	-	-	н	р

Ионы	OH^-	NO_3^-	Cl^-	Br^-	I^-	S^{2-}	SO_3^{2-}	SO_4^{2-}	CO_3^{2-}	SiO_3^{2-}	PO_4^{3-}	CH_3COO^-
Pb^{2+}	н	р	м	м	н	н	н	н	н	н	н	р
Sn^{2+}	н	р	р	р	м	н	н	р	н	н	н	р
Ni^{2+}	н	р	р	р	р	н	н	р	н	-	н	р
Cd^{2+}	н	р	р	р	р	н	н	р	н	-	н	р
Co^{2+}	н	р	р	р	р	н	н	р	н	-	н	р
Fe^{2+}	н	р	р	р	р	н	н	р	н	-	н	р
Fe^{3+}	н	р	р	р	-	-	-	р	-	н	н	р
Al^{3+}	н	р	р	р	р	-	-	р	-	н	н	р
Cr^{3+}	н	р	р	р	р	-	-	р	-	-	н	р

Густини та концентрації розчинів деяких кислот

HCl		HNO ₃	
Густина, г/см ³	Масова частка, %	Густина, г/см ³	Масова частка, %
1,050	10,52	1,045	8,398
1,055	11,52	1,050	9,259
1,060	12,51	1,055	10,12
1,065	13,50	1,060	10,97
1,070	14,49	1,065	11,81
1,075	15,48	1,070	12,65
1,080	16,47	1,075	13,48
1,085	17,45	1,080	14,31
1,095	19,41	1,090	15,95
1,105	21,36	1,100	17,58
1,115	23,29	1,110	19,19
1,125	25,22	1,120	20,79
1,135	27,18	1,130	22,38
1,145	29,17	1,140	23,94
1,155	31,14	1,150	25,48

Густини та концентрації розчинів деяких кислот

H_2SO_4		H_3PO_4	
Густина, г/см ³	Масова частка, %	Густина, г/см ³	Масова частка, %
1,065	9,843	1,635	80,75
1,070	10,56	1,640	81,20
1,075	11,26	1,645	81,64
1,080	11,96	1,650	82,08
1,090	13,36	1,655	82,52
1,100	14,73	1,660	82,96
1,110	16,08	1,665	83,39
1,120	17,43	1,670	83,82
1,130	18,76	1,675	84,25
1,140	20,08	1,680	84,68
1,145	20,73	1,685	85,11
1,150	21,38	1,690	85,54
1,155	22,03	1,695	85,96
1,160	22,67	1,700	86,38
1,165	23,31	1,705	86,80

Густини та концентрації розчинів аміаку

NH ₃	
Густина, г/см ³	Масова частка, %
0,932	17,24
0,930	17,85
0,928	18,45
0,926	19,06
0,924	19,67
0,922	20,27
0,920	20,88
0,918	21,50
0,916	22,12
0,914	22,75
0,912	23,39
0,910	24,03
0,908	24,68
0,906	25,33
0,904	26,00