

# **НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ. МЕТАЛЛЫ**

Самара  
2015

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

Кафедра неорганической химии

**НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.  
МЕТАЛЛЫ**

*Утверждено редакционно-издательским советом университета  
в качестве практикума*

Самара  
Издательство «Самарский университет»  
2015

УДК 546  
ББК 24.1  
Н52

Рецензенты : канд. хим. наук, доц. З. П. Белоусова  
д-р хим. наук, проф. И.К. Гаркушин

Авторы: Л. М. Бахметьева, Д. В. Пушкин,  
М. Ю. Шилова, Л. Б. Сережкина

**Неорганическая химия. Металлы** : практикум / Л. М. Бахметьева, Д. В. Пушкин, М. Ю. Шилова, Л. Б. Сережкина. – Самара: Изд-во «Самарский университет», 2015. – 60 с.

В практикуме подобраны опыты в соответствии с логикой изложения материала. Студентам предлагается проводить небольшие исследования, что позволит вызвать интерес к химии, развить самостоятельность и творческое отношение к изучению дисциплины, сформировать более глубокие знания. Опыты сопровождаются вопросами, позволяющими студентам более глубоко осмыслить наблюдения.

Практикум подготовлен при поддержке базовой части Государственного задания Минобрнауки РФ.

Предназначен студентам направления «Химия» и специальности «Фундаментальная и прикладная химия», изучающим неорганическую химию.

УДК 546  
ББК 24.1

© Авторы, 2015  
© ФГБОУ ВПО «Самарский  
государственный университет», 2015

## РАБОТА 1. ЩЕЛОЧНЫЕ МЕТАЛЛЫ

*Все работы со щелочными металлами проводить в вытяжном шкафу. Соблюдать особую осторожность! Использовать в опытах минимальное количество металлов. Во избежание ожогов не брать щелочные металлы руками! Остатки щелочных металлов не оставлять на столе и не выбрасывать в урну, а утилизировать, помещая фильтровальную бумагу с обрезками в кристаллизатор или большой стакан с водопроводной водой.*

### **Опыт 1. Сравнение химической активности щелочных металлов**

Взять три небольших кристаллизатора и заполнить их на две трети водой. Отрезать по маленькому кусочку лития, натрия и калия и, обсушив их фильтровальной бумагой, бросить каждый в отдельный кристаллизатор. Наблюдать за ходом реакции через стекло вытяжного шкафа. Отметить какой из металлов наиболее активно взаимодействует с водой. Прилить в кристаллизаторы раствор фенолфталеина.

### **Опыт 2. Горение лития и натрия на воздухе**

Небольшой кусочек лития положить в ложечку для сжигания и сильно нагреть в пламени спиртовки до загорания. Дать сгореть металлу до конца. Полученный продукт охладить и осторожно растворить в 2–3 мл дистиллированной воды. Полученный раствор разделить на два. К одному раствору прилить подкисленный серной кислотой раствор иодида калия и 2–3 капли крахмала, несколько капель второго раствора нанести на часовое стекло и добавить несколько капель реактива Несслера. На основании этого опыта сделать заключение о характере продуктов сгорания лития на воздухе. Провести аналогичный опыт с металлическим натрием.

### **Опыт 3. Окрашивание пламени щелочными металлами**

На концах платиновой (нихромовой) проволоки сделать два-три витка спирали. Очищенную многократным промыванием в соляной кислоте и прокаливанием проволоку внести в насыщенный раствор соли лития и затем в несветящееся пламя спиртовки. Отметить окраску пламени. Затем очистить проволоку как указано выше, и проделать аналогичные опыты с раствором солей натрия, калия, рубидия и цезия.

**Опыт 4. Получение малорастворимых соединений щелочных металлов** (*Качественные реакции на ионы щелочных металлов*)

#### *1. Малорастворимые соли лития*

В три пробирки налить несколько капель хорошо растворимой соли лития (сульфат, хлорид, нитрат) и добавить немного растворов – фосфата натрия, фторида калия, карбоната натрия (калия). Если осадок выпадает не сразу – потереть стеклянной палочкой о края пробирки.

#### *2. Малорастворимые соли натрия*

К 1–2 мл раствора соли натрия добавить равный объем раствора гексагидросантимоната (V) калия. Охладить пробирку холодной водой и осторожно потереть стенки изнутри пробирки стеклянной палочкой.

### 3. Малорастворимые соли калия, рубидия и цезия

а) К раствору соли калия добавить равный объем раствора гидротартрата натрия или винной кислоты. При отсутствии осадка потереть стеклянной палочкой внутреннюю поверхность пробирки.

б) Добавить к раствору соли лития раствор перхлората натрия (лития) или хлорной кислоты. Встряхнуть пробирку и наблюдать образование осадка.

в) К 1мл раствора соли калия прилить раствор гексанитрилкобальтата (III) натрия ( $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ ). Каков цвет образовавшегося осадка?

## ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

### Опыт 1. Получение соды по аммиачному способу

50 мл 25%-ного раствора аммиака насытить хлоридом натрия и поместить в коническую колбу. Пропускать в колбу оксид углерода(IV) до насыщения, затем прилить 5 мл этилового спирта. Выпавший осадок отфильтровать на воронке Бюхнера и промыть на фильтре небольшим количеством холодной воды или этилового спирта. Высушить между листами фильтровальной бумаги. Небольшое количество полученной соли растворить и определить pH раствора. Полученный гидрокарбонат натрия прокалить в фарфоровом тигле в пламени спиртовки до прекращения выделения водяных паров. Продукт охладить. Небольшое его количество растворить в воде и определить pH раствора. Написать уравнения получения гидрокарбоната и карбоната натрия и сравнить характер гидролиза этих солей.

### Опыт 2. Получение сульфата лития

2–3 г карбоната лития растворить в 2 н серной кислоте. Карбонат брать в небольшом избытке от расчетного количества. Раствор прокипятить, отфильтровать от избытка карбоната, подкислить серной кислотой и выпарить. После выпаривания соль кристаллизуется в виде моногидрата. Полученную соль отфильтровать, промыть холодной водой и высушить при 50-60°C. Для получения безводной соли моногидрат необходимо прокалить при 500°C в фарфоровом тигле.

## РАБОТА 2. МАГНИЙ. ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ

### Опыт 1. Свойства металлического магния

#### 1. Взаимодействие магния с водой

В две пробирки с водой опустить по кусочку ленты магния. Испытать отношение магния к воде на холоду и при нагревании. Установить характер среды полученных растворов с помощью универсальной индикаторной бумаги (горячий раствор предварительно охладить) и объяснить результаты опыта.

## 2. Взаимодействие магния с кислотами

а) Ознакомиться по таблице с величиной нормального электродного потенциала магния и сделать вывод о возможности его взаимодействия с разбавленными растворами соляной и серной кислот. Проверить сделанные предположения опытным путем.

б) Подействовать на порошок магния раствором хлорида аммония. Что наблюдается? Объяснить причины протекания реакции.

в) Поместить в четыре пробирки немного порошка магния и добавить по 0.5 мл растворов кислот: концентрированной серной, концентрированной, разбавленной (30%), очень разбавленной (10%) азотной кислотой.

## 3. Взаимодействие с галогенами

На стеклянную пластинку поместить 0.5 г порошка магния и 5.2 г измельченного кристаллического иода. Перемешать вещества стеклянной палочкой и разделить смесь на две части, расположенные на расстоянии 4–5 см друг от друга. В одной части сделать углубление и внести в него 1 каплю дистиллированной воды. Что наблюдается? Что происходит в другой части смеси? Объяснить действие воды.

### Опыт 2. Способы получения и свойства гидроксида магния

В четырех пробирках получить небольшие количества осадка гидроксида магния по обменной реакции действием на соли магния раствором аммиака. Испытать отношение полученного вещества садков к раствору соляной кислоты, разбавленному и концентрированному (50%) растворам гидроксида калия и раствору хлорида аммония.

### Опыт 3. Соли магния

#### 1. Получение и свойства гидрокарбоната магния

К 1–2 мл раствора хлорида магния прилить раствор карбоната натрия до полноты осаждения. Каков цвет осадка? Почему при действии среднего карбоната в осадок выпадает основная соль магния? Добавить в пробирку раствор хлорида аммония. Что наблюдается? Написать выражение произведения растворимости гидрокарбоната магния и объяснить причину растворения осадка в растворе хлорида аммония.

#### 2. Получение и свойства карбоната магния

К 1–2 мл разбавленного раствора хлорида магния прилить небольшое количество раствора гидрокарбоната натрия. Какое вещество выпадает в осадок? Объясните причину выпадения в осадок среднего карбоната магния при действии на соли магния кислыми карбонатами.

Разделить полученный осадок на четыре пробирки. К содержимому первой пробирки добавить 1–2 мл воды и нагреть до кипения. К другому осадку добавить соляной кислоты. В третью пробирку налить немного воды и пропустить углекислый газ. К осадку в четвертой пробирке прилить раствор хлорида аммония.

### Опыт 4. Свойства металлического кальция

Налить в стаканчик 20 мл дистиллированной воды и внести пинцетом маленький кусочек металлического кальция. Наблюдать протекание

реакции. Почему реакция не начинается сразу после контакта с водой. Сравните скорость данной реакции по сравнению аналогичной реакцией щелочных металлов. Какой газ выделяется? Почему раствор становится мутным? Прилить к раствору 1–2 капли фенолфталеина. Что наблюдается? Составить уравнение реакции. Как изменяется активность в ряду щелочно-земельных металлов?

#### **Опыт 5. Получение и свойства гидроксидов Ca, Sr и Ba**

1. В три пробирки налить соответственно растворы хлоридов щелочно-земельных металлов и подействовать разбавленным раствором гидроксида натрия. Обратит внимание на вид образовавшихся осадков.

2. Подействовать на полученные гидроксиды углекислым газом в недостатке и в избытке. Объяснить образование и растворение осадков, пользуясь понятием произведения растворимости.

3. Прилить к небольшому количеству кристаллического гидроксида бария 3 мл воды. Тщательно, с помощью стеклянной палочки перемешать раствор. Что наблюдается? Нагреть пробирку до 80°C. Имеются какие-либо изменения? Добавить гранулу алюминия. Что происходит? Какие свойства гидроксида бария подчеркивает эта реакция?

#### **Опыт 6. Свойства пероксида бария**

##### *1. Поведение в водном растворе*

Поместить в две пробирки немного кристаллического пероксида бария и добавить в первую – немного воды, во вторую – концентрированной соляной кислоты. Что наблюдается?

##### *2. Окислительные свойства*

Подействовать на небольшое количество пероксида бария в одной пробирке – раствором сульфата железа(II), во второй – иодидом калия. При отсутствии признаков реакций подкислить растворы соляной кислотой.

##### *3. Восстановительные свойства*

а) Подействовать на кристаллический пероксид бария раствором нитрата ртути (II).

б) Изучить по аналогичной методике взаимодействие пероксида бария с красной кровяной солью ( $K_3[Fe(CN)_6]$ ). Что наблюдается?

#### **Опыт 7. Соли щелочноземельных металлов**

Получить осадки карбонатов, сульфатов, хроматов, оксалатов кальция, стронция, бария действием на их растворимые соли соответствующими солями щелочных металлов. Подействовать на каждый полученный осадок растворами уксусной кислоты, разбавленной и концентрированной соляной кислотой. В случае растворимости осадка уже в уксусной кислоте, не следует действовать соляной кислотой. Почему? Аналогично, при растворении соли в разбавленной соляной кислоте не нужно действовать концентрированной соляной кислотой. Представить полученные результаты в виде таблицы.

Таблица.

### Сравнение растворимости солей щелочноземельных металлов

Соль / реагент	CaCO <sub>3</sub>	SrCO <sub>3</sub>	BaCO <sub>3</sub>	CaSO <sub>4</sub>	SrSO <sub>4</sub>	BaSO <sub>4</sub>
CH <sub>3</sub> COOH						
HCl(разб)						
HCl(конц.)						

Соль / реагент	CaCrO <sub>4</sub>	SrCrO <sub>4</sub>	BaCrO <sub>4</sub>	CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	SrC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	BaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
CH <sub>3</sub> COOH						
HCl(разб)						
HCl(конц.)						

На основании полученных экспериментальных данных сравните растворимость солей и укажите, соли каких металлов наименее растворимы среди карбонатов, сульфатов, хроматов и оксалатов. Подтвердите результаты эксперимента данными о ПР солей: постройте на одном рисунке диаграммы зависимости растворимости (ПР) от порядкового номера элемента.

#### Опыт 8. Окрашивание пламени солями Ca, Sr и Ba

Чистую платиновую (нихромовую) проволоку, скрученную спиралью, опустить в концентрированный раствор соли соответствующего металла и внести в несветящиеся пламя спиртовки. В какие цвета окрашивается пламя спиртовки солями кальция, стронция и бария?

### ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

#### Опыт 1. Взаимодействие магния с иодом

На стеклянную пластинку поместить 0.5 г порошка магния и 5.2 г измельченного кристаллического иода. Перемешать вещества стеклянной палочкой, разделить смесь на две части и расположить на расстоянии 4–5 см друг от друга. В одной части сделать углубление и внести в него 1 каплю дистиллированной воды. Что наблюдается? Что происходит в другой части смеси? Объяснить действие воды.

#### Опыт 2. Получение оксида магния

2–3 г карбоната магния прокалить в фарфоровом тигле при 500–600°C. Через 20 мин взять пробу и обработать ее соляной кислотой. Наблюдать происходящее. На основании, каких признаков можно считать, что разложение закончено?

#### Опыт 3. Магнезиальный цемент

Смешать в фарфоровой чашке 2.5 г гексагидрата хлорида магния и 1г оксида магния, добавить воды до образования густой тестообразной массы

и оставить до конца занятия. Что наблюдается? Каков состав магнезиального цемента?

#### **Опыт 4. Получение оксидов щелочноземельных металлов**

1–2 г мрамора поместить в сухой тигель и прокалить в муфельной печи при 850–900°C в течение 30–40 минут. После охлаждения в эксикаторе полученный продукт взвесить и вычислить содержание оксида кальция в мраморе в % по массе. Хранить оксид кальция в хорошо закрытой банке. 2–3 г нитрата бария осторожно нагреть в пламени спиртовки и поставить прокаливать в муфельную печь при 900°C на 30–40 минут. По окончании реакции охладить тигель в эксикаторе.

#### **Опыт 5. Взаимодействие магния с оксидом углерода(IV)**

Ленту магния (3–5 см) очистить наждачной бумагой, затем, держа тигельными щипцами, зажечь в пламени спиртовки и опустить в высокий химический стакан на 100–200 мл, наполненный заранее оксидом углерода(IV). Наблюдать горение магния. Какие продукты реакции образуются?

#### **Опыт 6. Определение карбонатной жесткости воды**

Налить пипеткой по 100 мл водопроводной воды из крана с холодной водой в три конические колбы и добавить в каждую по 2–3 капли индикатора метилового оранжевого. Содержимое колб оттитровать 0.1N раствором соляной кислоты до изменения окраски индикатора от желтой до оранжевой. Результаты титрования свести в таблицу и по полученным данным вычислить карбонатную жесткость воды по формуле:

$$\text{Жесткость} = C_N(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000/V(\text{H}_2\text{O}) \text{ мг/экв}$$

*Таблица.*

#### **Результаты титрования воды**

№ опыта	Взято воды, мл $V(\text{H}_2\text{O})$	Нормальность раствора HCl $C_N(\text{HCl})$	Израсходовано раствора HCl на титрование, мл	Средний объем раствора HCl, мл $V(\text{HCl})$

Используя информацию о количественной оценке жесткости, определить к какому типу по жесткости следует отнести исследованную воду.

### **РАБОТА 3. АЛЮМИНИЙ**

#### **Опыт 1. Свойства металлического алюминия**

##### *1. Взаимодействие алюминия с водой.*

Гранулу алюминия поместить в пробирку с водой и нагреть. Что наблюдается? Добавить немного нитрата ртути(II) и нагреть. Что наблюдается? Объяснить действие соли ртути.

## *2. Взаимодействие алюминия с кислотами.*

Испытать отношение алюминия к растворам кислот. Для этого поместить в пробирку одну гранулу алюминия и приливать по очереди по 1 мл реактивов. После каждого испытания осторожно сливать раствор в стаканчик, промывать гранулу алюминия водой, а затем действовать следующим реагентом: концентрированными и разбавленными соляной, серной и азотной кислотами на холоде и при нагревании.

Подействовать последовательно следующими растворами:

- а) 10%-ным и концентрированным растворами соляной кислоты;
- б) 10%-ным и концентрированным (98%) растворами серной кислоты;
- в) очень разбавленным (10%), разбавленным (30%) и концентрированным (60%) растворами азотной кислоты.

## *3. Взаимодействие алюминия со щелочью*

Подействовать на металл 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия.

### **Опыт 2. Гидроксид алюминия**

Получить в пробирке гидроксид алюминия. Для этого к 1 мл раствора сульфата алюминия прилить концентрированный раствор аммиака до выпадения осадка. Обратит внимание на цвет и вид осадка. Размешать смесь стеклянной палочкой, и разделить ее на четыре части, используя дополнительные пробирки. Добавить к содержимому одной пробирки концентрированный раствор аммиака, в другую пробирку – 10%-ный раствор соляной кислоты, в третью – 20%-ный раствор гидроксида натрия (калия), в четвертую – хлорид аммония. Что наблюдается и о чем это свидетельствует? На основании этих испытаний предложите наиболее удобный способ получения гидроксида алюминия.

### **Опыт 3. Тетрагидроксоалюминат натрия**

Получить раствор тетрагидроксоалюмината натрия. Для этого к 1 мл соли алюминия (хлорида, нитрата или сульфата) добавьте по каплям 20%-ный раствор гидроксида натрия до выпадения осадка. Затем добавьте минимальное количество щелочи для растворения выпавшего осадка.

Разделите полученный раствор на пять пробирок. В первую пробирку налейте воды и оставьте на некоторое время, во вторую – раствор соляной кислоты, в третью – раствор карбоната аммония (раствор нагреть), в четвертую – насыщенный раствор хлорида алюминия, через пятую пробирку пропустить углекислый газ. Описать признаки реакций.

### **Опыт 4. Гидролиз солей алюминия**

1. В три пробирки налить по 2 мл дистиллированной воды и положить немного кристаллической соли алюминия: в одну – хлорид, во вторую – сульфат (полученный раствор сохранить для последующих опытов), в третью – нитрат. Что наблюдается? С помощью бумажного универсального индикатора измерить рН полученных растворов. Полученные растворы сохранить для последующих опытов.

2. К раствору сульфата (нитрата, хлорида) алюминия прилить раствор ацетата натрия. Что наблюдается? Каков состав осадка?

3. (**Опыт проводить в вытяжном шкафу!**) В три пробирки налить немного раствора сульфата (нитрата, хлорида) алюминия и прилить к содержимому одной пробирки 1 мл раствора сульфида натрия, к другой – 1 мл раствора карбоната натрия, к третьей – 1 мл раствор сульфита натрия. Что наблюдается? Как объяснить некоторые отличия в признаках реакций? Как объяснить необратимость гидролиза сульфида, карбоната и сульфита алюминия?

#### **Опыт 5. Качественная реакция на катион алюминия**

Поместить в пробирку несколько капель раствора любой соли алюминия и прибавить равный объем раствора аммиака. К полученному осадку гидроксида алюминия прибавить несколько капель свежеприготовленного раствора ализарина и прокипятить смесь. Каков цвет образующейся комплексной соли, называемой ализарин-алюминиевым лаком?

## **ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ**

#### **Опыт 1. Аллюминотермия**

Поставить шамотовый тигель на песчаную баню (тяги!). На дно тигля положить 0.5 г фторида кальция, затем тщательно перемешанную, предварительно просушенную смесь 5 г оксида железа(III) и 2 г порошка алюминия. Реакционную смесь утрамбовать. В центре смеси сделать углубление, в которое засыпать зажигательную смесь (1 часть магния, 9 частей пероксида бария). В зажигательную смесь вставить ленту магния и поджечь.

#### **Опыт 2. Адсорбционные свойства гидроксида алюминия**

В стакан поместить около 3 г кристаллического сульфата алюминия и растворить в минимальном количестве воды. Осадить гидроксид алюминия концентрированным раствором аммиака до прекращения выпадения осадка и отфильтровать его с помощью складчатого фильтра. Поставить воронку в стакан и пропустить через гидроксид алюминия, находящийся на фильтре, 5 мл раствора слабоокрашенных чернил. Какова окраска фильтрата? Объяснить сущность явления. Где на практике используется адсорбционная способность гидроксида алюминия?

#### **Опыт 3. Получение оксида алюминия и изучение его свойств**

Алюмоаммониевые квасцы растереть в порошок и поместить в фарфоровый тигель. Тигель нагреть в муфельной печи до температуры 1000°C и выдержать при этой температуре 3–4 часа. Затем тигель охладить, извлечь полученный оксид алюминия и измельчить его. Испытать действие на полученный продукт воды, кислот и щелочи.

#### **Опыт 4. Получение метаалюмината натрия**

Взять по 2 г оксида алюминия и безводного карбоната натрия и тщательно смешать их в фарфоровой ступке. Полученную смесь высыпать в железный тигель и нагреть до 800°C. Выдержать при этой температуре до

прекращения выделения газа. Охладить тигель, извлечь продукт и залить водой. Что наблюдается? С помощью универсального индикатора определить рН полученного раствора.

## РАБОТА 4. ОЛОВО. СВИНЕЦ

### ОЛОВО

#### I. Металлическое олово

##### Опыт 1. Получение металлического олова

В раствор хлорида олова(II) поместить кусочек металлического цинка. Что происходит?

**Опыт 2. Свойства металлического олова** (Работу проводить в вытяжном шкафу!)

##### 1. Взаимодействие олова с кислотами

Поместить в пробирку одну гранулу металлического олова и последовательно прилить по 0.5 мл следующих растворов:

- 10%-ного и концентрированного растворов соляной кислоты;
- 1М (10%-ного) и концентрированного (98%) растворов серной кислоты;
- 10%, 30% и концентрированного (60%) растворов азотной кислоты.

При отсутствии признаков реакции нагревать раствор.

##### 2. Взаимодействие олова со щелочью

Поддействовать на металл 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия. Что наблюдается? При отсутствии признаков реакции нагреть раствор.

#### II. Соединения олова (II)

##### Опыт 3. Получение и свойства гидроксида олова (II)

В пробирку налить 0.5 мл раствора хлорида олова(II) и по каплям прибавить гидроксид аммония до окончания выпадения осадка. Осадок размешать и разлить взвесь в две пробирки. В одну пробирку влить концентрированный раствор соляной кислоты, в другую – концентрированный (40%-ный) раствор гидроксида натрия (калия).

##### Опыт 4. Свойства хлорида олова(II)

###### 1. Поведение в водном растворе

Немного кристаллов хлорида олова (II) поместить в сухую пробирку и прилить 1 мл воды. Что наблюдается? С помощью универсального индикатора измерить рН раствора.

###### 2. Восстановительные свойства хлорида олова (II)

а) 1 мл водного раствора хлорида олова (II) подкислить соляной кислотой и добавить к полученному раствору немного раствора перманганата калия. Что наблюдается?

б) К 1 мл подкисленного соляной кислотой раствору хлорида олова (II) прилить раствор дихромата калия.

в) К 1 мл раствора хлорида железа (III) прибавить немного соляной кислоты, а затем 1 мл раствора хлорида олова (II).

г) В пробирку налить 1 мл раствора хлорида олова, добавить равный объем раствора гидроксида натрия (калия), затем несколько капель раствора нитрата висмута (III). Запишите признаки и уравнение реакции.

Какие вещества являются продуктами восстановления хлорида олова (II) в кислой и в щелочной средах?

### **Опыт 5. Сульфид олова(II)**

#### **1. Получение сульфида олова(II)**

В пробирку налить 3 мл раствора хлорида олова(II) и добавить раствор сульфида натрия до появления осадка. Описать цвет и вид осадка. Полученный осадок размешать, разместить в пяти пробирках и сохранить для проведения последующих опытов.

#### **2. Отношение к растворам кислот и щелочей**

а) К осадку сульфида олова(II) прилить концентрированный раствор соляной кислоты. Что наблюдается?

б) Подействовать на сульфид олова(II) концентрированным (40%-ным) раствором гидроксида натрия (калия). Что происходит?

в) Добавить к сульфиду олова(II) раствор сульфида натрия.

О каких свойствах сульфида олова(II) свидетельствует взаимодействие с концентрированными растворами кислот и щелочей и отсутствие взаимодействия с раствором сульфида натрия?

#### **3. Восстановительные свойства**

а) Подействовать на сульфид олова (II) концентрированным раствором азотной кислоты.

б) К сульфиду олова (II) прилили раствор полисульфида натрия.

## **III. Соединения олова (IV)**

### **Опыт 6. Свойства оксида олова (IV)**

Испытать отношение кристаллического  $\beta$ - $\text{SnO}_2$  к растворам соляной, серной и азотной кислот. Что наблюдается?

### **Опыт 7. Свойства оловянных кислот**

#### **1. $\alpha$ -Оловянная кислота**

а) Получение  $\alpha$ -оловянной кислоты

В пробирку налить 2 мл раствора хлорида олова(IV) и прилить по каплям раствор гидроксида натрия до образования устойчивого осадка. Полученный осадок промыть водой методом декантации, разделить на две пробирки для последующих опытов.

б) Свойства  $\alpha$ -оловянной кислоты

В одну пробирку с  $\alpha$ -оловянной кислотой добавить соляной кислоты, а в другую – раствор гидроксида натрия. Что происходит?

## 2. $\beta$ -оловянная кислота

Испытать порошок  $\beta$ -оловянной кислоты к действию концентрированной соляной кислоты и концентрированного раствора щелочи. Что наблюдается? Сравните химическую активность  $\alpha$ - и  $\beta$ -оловянных кислот и объясните ее различие с учетом строения этих кислот.

# СВИНЕЦ

## I. Металлический свинец

*Соединения свинца ядовиты, поэтому после проведения опытов с соединениями свинца необходимо тщательно вымыть руки.*

**Опыт 1. Свойства металлического свинца** (Работу проводить в вытяжном шкафу!)

1. Разрезать ножом кусочек свинца. Оставить на воздухе. Как изменяется блестящая поверхность среза? Что происходит?

2. Взять две пробирки с 1–2 мл раствора соли свинца(II) и опустить в одну из них на нитке пластинку цинка, во вторую – хорошо очищенную пластинку алюминия. Что появляется на поверхности взятых металлов и о чем это свидетельствует? Составить уравнения соответствующих реакций.

3. Исследовать отношение свинца к растворам кислот. На гранулу свинца подействовать последовательно растворами:

- а) 10%-ным и концентрированным растворами соляной кислоты;
- б) 1М (10%-ным) и концентрированным растворами серной кислоты;
- в) 10%, 30% и концентрированным (60%) растворами азотной кислоты.

После прекращения реакций и охлаждения растворов добавить к ним по 1мл раствора иодида калия (реактив на присутствие иона свинца  $Pb^{2+}$ ). В какой из пробирок выпал желтый осадок иодида свинца(II)? Сделать вывод, в какой кислоте свинец хорошо растворяется.

4. Испытайте отношение свинца к 10%- и к 40%-ным растворам гидроксида натрия (калия) при обычных условиях и при нагревании.

## II. Соединения свинца (II)

### Опыт 2. Получение и свойства гидроксида свинца(II)

Получить гидроксид свинца(II), добавляя по каплям концентрированный водный раствор аммиака к 0.5 мл раствора нитрата (ацетата) свинца до прекращения выпадения осадка, отметить его цвет и характер.

Разделить осадок на две пробирки. В одну пробирку влить 30%-ный раствор азотной кислоты, в другую – разбавленный (10%-ный), а затем концентрированный (40%-ный) раствор гидроксида натрия (калия).

### Опыт 3. Малорастворимые соли свинца(II)

#### 1. Сульфат свинца(II)

К 1 мл раствора нитрата (ацетата) свинца(II) добавить насыщенный раствор сульфата натрия (калия) до прекращения выпадения осадка. Полученный осадок разделить на два. К одному осторожно, по каплям прилить концентрированный раствор серной кислоты, к другому – раствор гидроксида натрия (калия).

### 2. Основной карбонат свинца(II)

Получить осадок основного карбоната свинца, добавив к 1 мл раствора нитрата (ацетата) свинца(II) раствор карбоната натрия. Почему в результате взаимодействия образуется не средняя, а основная соль? Подтвердите необходимыми справочными данными. Какое применение в технике и аналитической химии имеет полученное вещество?

Распределите полученный осадок по двум пробиркам и испытайте его отношение к растворам разбавленной азотной кислоты и щелочей (гидроксиду натрия или калия). Где на практике используется эта соль?

### 3. Галогениды свинца(II)

#### 3.1. Иодид свинца(II)

К раствору ацетата свинца прилить раствор иодида калия. Что наблюдается?

а) Изучите поведение иодида свинца при нагревании. Для этого перемешайте осадок и перенести несколько капель взвеси в чистую пробирку (оставшийся осадок используйте для следующего опыта). Добавить 1–2 мл воды и нагреть. Описать происходящее. Охладить раствор, поместив пробирку в стакан с холодной водой. Объяснить наблюдаемые явления.

б) Оставшийся в пробирке остаток иодида свинца разделите на два и испытайте его отношение к растворам щелочи и избытка иодида калия. Какие особенности свинца(II) являются причиной протекания данных реакций.

#### 3.2. Хлорид свинца (II)

Получите хлорид свинца (II), приливая к раствору ацетата свинца разбавленный (10%-ный) раствор соляной кислоты.

а) Исследуйте поведение полученного хлорида по той же методике, что и в опыте 3.1а. Сравнить растворимость в воде иодида и хлорида свинца. Как она меняется с температурой? Привести справочные данные по изменению растворимости с увеличением температуры для обеих солей. Как это используется в аналитической химии?

б) Испытайте отношение хлорида свинца(II) к концентрированному раствору соляной кислоты и раствору щелочи.

### 4. Хромат свинца(II)

К раствору нитрата (ацетата) свинца(II) прилить раствор дихромата калия. Что происходит? Подействовать на полученное вещество азотной кислотой и гидроксидом натрия.

### 5. Сульфид свинца(II)

В пробирку с 2 мл раствора ацетата свинца прилить раствор сульфида натрия. Что наблюдается? Слить с осадка раствор, разделить осадок на две пробирки и обработать: а) разбавленным раствором азотной кислоты; б) раствором щелочи.

### III. Соединения свинца (IV)

#### Опыт 4. Изучение окислительных свойств $PbO_2$

1. Поместить в пробирку немного порошка оксида свинца(IV), добавить 1 мл раствор иодида калия, затем 2 мл разбавленной серной кислоты. Нагреть пробирку и поднести к ее отверстию смоченную водой иодкрахмальную бумажку.

2. К небольшому количеству оксида свинца(IV) прилить 1 мл концентрированной соляной кислоты.

3. Насыпать в пробирку немного диоксида свинца, прилить 2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и после осторожного нагрева в горячий раствор влить около 0.5 мл раствора сульфата хрома(III). Снова нагреть пробирку. Как изменилась окраска раствора?

4. В пробирку налить 1 мл раствора сульфата марганца(II), подкисленного серной кислотой, добавить немного оксида свинца(IV) и нагреть. Как меняется цвет раствора?

5. Поместить в пробирку немного порошка оксида свинца(IV), добавить 1 мл 30%-ной серной кислоты. Наблюдаются ли признаки реакции? В случае их отсутствия нагреть раствор. Что наблюдается? Осторожно понюхать газ над пробиркой. К какому типу относится данная реакция? Какую роль выполняет серная кислота?

#### Опыт 5. Свойства сурика

##### 1. Реакция обменного взаимодействия

В пробирку поместить небольшое количество сурика  $Pb_3O_4$  и добавить 1 мл разбавленной азотной кислоты.

##### 2. Окислительные свойства сурика

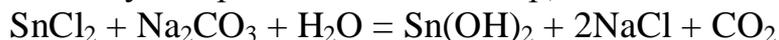
Прилить к порошку сурика 1 мл концентрированной соляной кислоты. Какие признаки реакции наблюдаются?

### ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

#### Опыт 1. Получение оксида олова(II)

Вначале получить гидроксид олова(II). Для этого приготовить концентрированный раствор хлорида олова(II), подкислить минимальным количеством концентрированной соляной кислоты до растворения осадка, выпавшего в результате гидролиза. В случае необходимости удалить остатки продуктов гидролиза фильтрованием. Затем прибавлять небольшими

порциями концентрированный раствор карбоната натрия до щелочной реакции (использовать универсальный индикатор):



Раствор с выпавшим осадком немного упарить в фарфоровой чашке. Во избежание окисления олова чашку прикрыть крышкой (неплотно) или часовым стеклом. Осадок перенести в стакан и промыть методом декантации горячей водой, перенести на фильтр и промыть карбонатом натрия до исчезновения хлорид-иона в промывных водах. Отмытый осадок, окрашенный в серый цвет, высушить при 130–150°C. Цвет оксида олова(II) черный с различными оттенками в зависимости от температуры прокаливания и от размеров частиц.

#### **Опыт 2. Получение оксида свинца(IV)**

Приготовить раствор 1 г ацетата свинца в 6–7 мл 2н уксусной кислоты. Приготовить насыщенный прозрачный раствор хлорной извести и прилить к нему первый раствор. Реакционную смесь кипятить 10–20 мин при помешивании. После охлаждения образовавшийся осадок отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть водой, затем разбавленной азотной кислотой. Высушить в сушильном шкафу при 100°C. Указать области практического применения этого соединения.

#### **Опыт 3. Возгорание сероводорода в присутствии PbO<sub>2</sub>**

Собрать установку для получения сероводорода, поместив в колбу Вюрца небольшое количество сульфида железа(II) или пирита. В фарфоровую выпарительную чашку насыпать тонкий слой порошка оксида свинца(IV) и пропустить ток сероводорода, направляя его струю на реагент. Что наблюдается?

#### **Опыт 4. Получение ацетата свинца(II)**

1 г свинца растворить при нагревании в концентрированной уксусной кислоте, отфильтровать. В полученный раствор добавить избыток уксусной кислоты, упарить до половины объема (тяга) и оставить кристаллизоваться. Выпавшие кристаллы отделить от раствора методом декантации и промыть небольшим количеством этилового спирта. Каково техническое название и применение полученной соли?

#### **Опыт 5. Синтез сурика Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (ортоплюмбата свинца(II))**

*Способ 1.* Поместить 3 г карбоната свинца в фарфоровый тигель и прокалить при 450–500°C в течение 2 часов. Затем полученное вещество перенести в стакан с раствором ацетата свинца и прокипятить (объясните, для чего используется эта операция). Осадок отфильтровать, промыть на фильтре горячей водой и просушить в сушильном шкафу при температуре 100°C.

*Способ 2.* 14 г нитрата свинца(II) прокалить при 540–550°C, постепенно повышая температуру до 560°C. Прокаливание вести в течение часа. Выше 560°C ортоплюмбат постепенно разлагается с отщеплением сероводорода и образованием желтой модификации оксида свинца(II).

### **Опыт 6. Синтез сурика $Pb_2O_3$ (метаплюмбата свинца(II))**

16 г основного карбоната свинца прокалить в течение часа сначала при  $220^{\circ}C$  (при этом образуются карбонаты переменного состава). Затем в течение часа проводить нагрев при  $250^{\circ}C$ .

### **Опыт 7. Синтез оксида свинца(II)**

#### **1. Синтез красной модификации оксида свинца(II)**

Гидроксид свинца(II) нагревают до  $140-150^{\circ}C$  и выдерживают при этой температуре около 0.5 – 1 ч.

#### **2. Синтез желтой модификации оксида свинца(II)**

Гидроксид свинца(II) нагреть постепенно до  $500^{\circ}C$  и выдержать при этой температуре в течение часа.

## **РАБОТА 5. СУРЬМА. ВИСМУТ**

### **СУРЬМА**

#### **I. Металлическая сурьма**

##### **Опыт 1. Свойства металлической сурьмы**

В две пробирки внести небольшое количество металлической сурьмы и добавить в одну пробирку 1–2 мл концентрированной серной кислоты, в другую – такое же количество концентрированной азотной кислоты. Закрепить пробирки наклонно в штативе и осторожно нагреть.

#### **II. Соединения сурьмы (III)**

##### **Опыт 2. Свойства оксида сурьмы(III)**

Испытать отношение оксида сурьмы(III) к воде, раствору гидроксида натрия, разбавленному и концентрированному растворам соляной кислоты.

##### **Опыт 3. Получение и свойства гидроксида сурьмы(III)**

Налить в пробирку 1–2 мл хлорида сурьмы(III) и добавить раствор гидроксида натрия до образования осадка. Отметить цвет и вид осадка. Разделить осадок на две части. На одну часть подействовать раствором соляной кислоты, на вторую – избытком раствора гидроксида натрия.

##### **Опыт 4. Гидролиз солей сурьмы**

К 1–2 мл раствора хлорида сурьмы(III) прибавить воды. Что наблюдается? Образовавшуюся суспензию разделить на две части. К одной части прибавить избыток раствора гидроксида натрия, а к другой – концентрированной соляной кислоты.

##### **Опыт 5. Получение и свойства сульфида сурьмы(III)**

Налить в пробирку 1–2 мл хлорида сурьмы(III) и добавить к нему 2–3 мл раствора сульфида натрия до образования осадка. Каков его цвет? Разделить осадок на три части и исследовать его свойства.

1. Прилить к осадку соляной кислоты. Описать признаки реакции.
2. Подействовать на сульфид раствором сульфида аммония. Что наблюдается? На полученный раствор тиосоли подействовать избытком соляной кислоты. Что происходит?
3. Подействовать на сульфид сурьмы раствором гидроксида натрия (калия). Опишите наблюдаемое.

### **Опыт 6. Окислительно-восстановительные свойства соединений сурьмы(III)**

1. К подкисленному раствору хлорида сурьмы(III) в одной пробирке прилить раствор перманганата калия, к этому же реагенту в другой пробирке добавить раствор дихромата калия.
2. К раствору хлорида сурьмы(III) добавить раствор хлорида олова(II), затем осторожно (по каплям) добавить концентрированный раствор щелочи. Наблюдаются ли признаки реакции?

## **III. Соединения сурьмы(V)**

### **Опыт 7. Получение и свойства сурьмяной кислоты**

(работу проводить в вытяжном шкафу!)

В фарфоровую чашку диаметром 5 см положить немного порошкообразной металлической сурьмы и добавить избыток концентрированной азотной кислоты. Чашку осторожно нагреть на пламени спиртовки до тех пор, пока вся сурьма не превратится в порошок белого цвета. Дать отстояться осадку. Прозрачный раствор слить. Осадок промыть 1–2 раза водой и перенести в две пробирки. В одну пробирку добавить избыток раствора гидроксида калия, а в другую – концентрированной соляной кислоты. Описать признаки реакций и их уравнения. Раствор хлорида сурьмы(V) сохранить для следующих опытов.

### **Опыт 8. Гидролиз солей сурьмы(V)**

Хлорид сурьмы(V) сильно разбавить водой. Что происходит?

### **Опыт 9. Получение и свойства сульфида сурьмы(V)**

Через раствор соли хлорида сурьмы(V) либо через водный раствор атимоната калия пропустить ток сероводорода. Что наблюдается? Полученный осадок размешать и разделить на две пробирки. К осадку в одной пробирке прилить раствор сульфида натрия, к содержимому второй пробирки добавить осторожно раствор гидроксида калия. Что наблюдается? Испытать отношение полученного в первой пробирке раствора тиаантимоната калия к 2н соляной кислоте.

### **Опыт 10. Окислительные свойства соединений сурьмы(V)**

1. К кристаллическому оксиду сурьмы(V) прилить концентрированную соляную кислоту и нагреть полученную смесь. Что наблюдается?
2. Раствор любого соединения сурьмы(V) (хлорида сурьмы(V) или атимоната(V) калия) подкислить соляной кислотой и обработать раствором иодида калия.

# ВИСМУТ

## I. Металлический висмут

### Опыт 1. Свойства металлического висмута

В семь пробирок поместить по небольшому кусочку металлического висмута и испытать его отношение к растворам кислот:

- а) 10%-ной и концентрированной (40%) соляной кислоты;
- б) 1М (10%-ному) и концентрированному растворам серной кислоты;
- в) 10%, 30% и концентрированной (60%) азотной кислоте.

При отсутствии признаков реакции при обычной температуре растворы нагревать.

## II. Соединения висмута (III)

### Опыт 2. Получение и свойства оксида висмута (III)

Поместить в фарфоровый тигель небольшое количество нитрата висмута и прокалить в пламени спиртовки. Обратит внимание на цвет образующегося вещества. Охладить полученный продукт и проверить его отношение к воде, кислотам и щелочам.

### Опыт 3. Получение и свойства гидроксида висмута(III)

К 1–2 мл раствора нитрата висмута(III) прилить раствор гидроксида натрия до образования осадка. Разделив осадок на две части, подействовать на одну из них раствором соляной кислоты, а на другую – раствором гидроксида натрия.

### Опыт 4. Гидролиз солей висмута

К 1 мл раствора нитрата висмута(III) прилить 2–3 мл воды. Что происходит? Содержимое пробирки разделить на две части. К одной из них осторожно прибавить избыток концентрированного раствора гидроксида натрия, на другую – подействовать концентрированной соляной кислотой.

### Опыт 5. Получение и свойства сульфида висмута(III)

К 1–2 мл раствора нитрата висмута(III) прилить раствор сульфида натрия до образования осадка. Описать его внешний вид. Осадок поместить в две пробирки. В одну пробирку прилить соляной кислоты, в другую – избыток раствора сульфида натрия.

### Опыт 6. ОВР соединений $\text{Bi(III)}$

#### 1. Восстановительные свойства соединений висмута(III)

а) Налить в пробирку 1 мл раствора перманганата калия, подкислить серной кислотой, затем добавить 0.5–1 мл раствора нитрата висмута(III). Наблюдаются ли признаки реакции?

б) К 1 мл концентрированной бромной воды добавить 0.5 мл нитрата висмута(III), затем осторожно по каплям прилить немного 50%-ного раствора гидроксида калия.

Опишите происходящее в обоих случаях, сравните с поведением соединений  $\text{Sb(III)}$  и отразите уравнениями реакций. Учитывая результаты эксперимента, охарактеризуйте восстановительную активность соединений висмута(III). Как это согласуется с их устойчивостью?

*2. Окислительные свойства соединений висмута (III)*

Налить в пробирку 1 мл раствора хлорида олова (II), добавить по каплям 50%-ный раствор гидроксида калия до растворения выпавшего вначале осадка. Затем добавить немного раствора нитрата висмута (III).

### **III. Соединения висмута (V)**

#### **Опыт 7. Получение метависмутата натрия и его свойства**

*1. Получение метависмутата натрия*

В пробирку с 1–2 мл раствора нитрата висмута(III) добавить немного концентрированного раствора гидроксида натрия. На образовавшийся осадок подействовать концентрированной бромной водой.

*2. Свойства метависмутата натрия*

В пять пробирок поместить немного продажного препарата метависмутата натрия и прилить по 1 мл следующих растворов:

- а) концентрированной соляной кислоты;
- б) подкисленного серной кислотой раствора сульфата марганца(II);
- в) подкисленного серной кислотой раствора сульфата хрома(III);
- г) подкисленного азотной кислотой раствора нитрата свинца(II);
- д) 30%-ного раствора серной кислоты.

При отсутствии признаков реакции полученные смеси нагреть.

### **ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ**

#### **Опыт 1. Приготовление сплава Вуда**

*(Работу проводить в вытяжном шкафу!)*

Взять навески металлов для приготовления 5 г сплава, содержащего 50% висмута, 25% олова, 12.5% кадмия. Сплавить их в пламени спиртовки в фарфоровом тигле. После обнаружения признаков сплавления помешать сплав стеклянной палочкой и вылить его в стакан с нагретой до кипения водой. Что наблюдается?

### **РАБОТА 6. ТИТАН**

#### **I. Соединения титана (III)**

##### **Опыт 1. Получение соединений титана (III)**

Налить в пробирку около 10 мл подкисленного раствора сульфата или хлорида титана(IV), прилить 3–5 мл 10%-ного раствора серной или соляной кислоты и внести 3–4 кусочка гранулированного цинка. Как изменяется окраска раствора? Раствор сохранить для следующих опытов.

## **Опыт 2. Свойства соединений титана (III)**

### *1. Восстановительные свойства соединений(III)*

В четыре пробирки налить по 1 мл раствора соли титана(III). Одну пробирку оставить на воздухе. Что наблюдается? В другие пробирки добавить по несколько капель растворов, соответственно, перманганата калия, сульфата железа(III), сульфата меди(II). Что происходит?

### *2. Получение гидроксида титана(III) и изучение его свойств*

К раствору соли титана(III) быстро прилить 10%-ный раствор гидроксида натрия. Перемешать выпавший осадок и распределить его по трем пробиркам. Испытать отношение гидроксида титана(III) к кислороду воздуха и к 10%-ным растворам кислоты и щелочи.

## **II. Соединения титана (IV)**

### **Опыт 1. Титановая кислота**

#### *1. Получение и свойства $\alpha$ -титановой кислоты*

а) К 10 мл подкисленного раствора хлорида или сульфата титана(IV) прилить при постоянном перемешивании 10%-й раствор аммиака до полного осаждения  $\alpha$ -титановой кислоты. Дать осадку отстояться, слить с него раствор и промыть несколько раз водой методом декантации.

б) Испытать отношение  $\alpha$ -титановой кислоты к 10%-ым растворам кислот и щелочей.

#### *2. Получение и свойства $\beta$ -титановой кислоты*

а) Небольшое количество титановой кислоты взболтать в пробирке с водой и прокипятить 3 минуты, охладить, слить воду.

б) Испытать отношение  $\beta$ -титановой кислоты к 10%-ным растворам кислот и щелочей.

Почему реакционная способность  $\alpha$ - и  $\beta$ -титановых кислот существенно различается? Какие гидраты оксида титана(IV) называются  $\alpha$ - и  $\beta$ -титановыми кислотами, какими свойствами они обладают?

### **Опыт 2. Гидролиз солей титана(IV)**

1. К раствору сульфата титана(IV) добавить равный объем воды и прокипятить в течение нескольких минут. Что наблюдается?

2. Налить в стаканчик 4–5 мл воды и добавить несколько капель хлорида титана(IV). Что при этом наблюдается?

### **Опыт 3. Пероксосоединения титана**

К солянокислому раствору хлорида титана(IV) или к сернокислому раствору сульфата титана(IV) добавить несколько капель 3%-ного раствора пероксида водорода. Что наблюдается? Каков состав пероксосоединений титана?

## РАБОТА 7. ВАНАДИЙ

### I. Соединения ванадия (V)

#### Опыт 1. Получение оксида ванадия(V)

а) Насыпать в фарфоровый тигель небольшое количество кристаллического метаванадата аммония. Удерживая тигель щипцами, нагреть в пламени спиртовки при постоянном перемешивании вещества до образования вещества оранжевого цвета. После охлаждения полученный продукт перенесите в пробирку и сохраните для изучения свойств.

б) В стеклянный стакан объемом 100 мл поместить небольшой тигель или другой предмет из керамики, налить в стакан 20 мл 5%-ного раствора метаванадата аммония и 13 мл 10%-ной серной кислоты (3-кратное от стехиометрии количество). Кипятить до получения на керамике равномерного оранжевого покрытия.

#### Опыт 2. Изучение свойств оксида ванадия(V)

а) В пробирку внести небольшое количество оксида ванадия(V), прилить дистиллированной воды и взболтать. Определить рН полученного раствора с помощью бумажного универсального индикатора. Результат пояснить. Какие ионы находятся в водном растворе оксида ванадия(V)?

б) В три пробирки внести небольшое количество оксида ванадия(V). В первую прибавить 2–3 мл разбавленного (10%-ного) раствора щелочи, в две другие – 10%-ные растворы соляной и серной кислот соответственно. Каковы особенности кислотно-основных свойств оксида ванадия(V)?

в) В две пробирки внести кристаллический оксид ванадия(V) и добавить к первой концентрированной соляной кислоты, а ко второй – концентрированной серной кислоты. Растворы нагреть. Что наблюдается?

#### Опыт 3. Соли ванадиевой кислоты

1. *Исследование процесса полимеризации ванадатов при различных значениях водородного показателя и исходной концентрации ортованадата натрия*

В стакан внести 20 мл раствора ортованадата натрия с заданной концентрацией (10%, ...) и с помощью бюретки добавлять 1н раствор серной кислоты при постоянном перемешивании. После добавления каждые 0.5 мл кислоты отмечать окраску раствора и измерять его рН с помощью универсального индикатора или рН-метра. Добавлять серную кислоту до тех пор, пока окраска раствора перестанет изменяться. Пользуясь литературными данными об окраске соединений, написать формулы соответствующих соединений ванадия (ванадийсодержащих ионов). Результаты эксперимента оформить в виде таблицы.

При оформлении результатов данного опыта привести диаграмму, отражающую зависимость различных форм соединения ванадия в зависимости от рН раствора с заданной исходной концентрацией ортованадата

натрия. Какой процесс происходит в водных растворах ванадатов? Какие соединения ванадия существуют в щелочной, нейтральной и кислой средах. Почему с понижением рН степень поликонденсации возрастает? Написать в ионной форме уравнения реакций, протекающих в водном растворе ванадатов при понижении и повышении значений рН.

Таблица

**Формулы соединений ванадия (V) в зависимости от рН раствора**

Объем кислоты, мл	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	...	...	...	...
Окраска раствора												
рН раствора												
Формула соединения												

*2. Малорастворимые ванадаты*

Налить в две пробирки по 1 мл раствора ванадата натрия и прилить в одну из них раствор нитрата серебра, в другую – хлорида аммония.

**Опыт 4. Пероксосоединения ванадия**

К 2–3 мл раствора ванадата натрия, подкисленного раствором серной кислоты, прибавить несколько капель 3% раствора пероксида водорода.

**Опыт 5. Синтез соединений ванадия в низших степенях окисления**

В колбочку емкостью 50 мл налить 20 мл раствора ванадата натрия, подкислить 10 мл 10%-ого раствора серной кислоты, положить 6–7 гранул цинка. Наблюдать изменение окраски. По мере появления новой окраски отливать по 4 мл раствора в пробирки, закрывая их пробками. Отметить окраску соединений ванадия(IV), ванадия(III), ванадия(II)?

**Опыт 6. Исследование свойств соединений ванадия в низших степенях окисления**

*1. Изучение кислотно-основных свойств соединений ванадия в различных степенях окисления*

В три пробирки налить немного растворов соединений ванадия(IV), (III), (II), полученных в опыте 5, и прилить немного 10%-ного раствора гидроксида натрия до выпадения осадков. Описать цвет осадков и испытать их отношение к избытку концентрированного раствора гидроксида натрия и 10%-ному раствору серной кислоты.

*2. Изучение окислительно-восстановительных свойств соединений ванадия в различных степенях окисления*

Испытать отношение полученных соединений ванадия в степенях окисления (+4), (+3), (+2) к растворам перманганата калия, концентрированной азотной кислоте, соли железа(III), сульфата меди(II). Во избежание воздействия кислорода воздуха в пробирку отливать немного исследуемо-

го раствора и сразу испытывать его отношение к соответствующему окислителю, и затем аналогично изучить взаимодействие с другими окислителем. Тщательно описать признаки реакций и, учитывая их, записать точные формулы продуктов окисления соединений ванадия. Обратите внимание на возможные полимеризационные формулы соединений ванадия(V) при различных значениях pH, рассмотренные в опыте 3.1.

Оставшийся в колбочке раствор оставить открытым на воздухе. Что наблюдается в каждом случае? Учитывая все результаты, полученные в данном эксперименте, расположите соединения ванадия в порядке возрастания восстановительных свойств.

## ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

### **Опыт 1. Получение и свойства металлического ванадия**

*Опыт проводится в присутствии преподавателя в вытяжном шкафу!*

#### *1. Получение металлического ванадия методом алюминотермии*

На дно шамотового тигля поместить немного порошка фторида кальция. Для приготовления термита смешать 8 г просушенного при 120°C оксида ванадия(V) с 5 г порошка алюминия. Смесь перетереть в фарфоровой ступке, поместить в шамотовый тигель, утрамбовать, сделать углубление, в которое засыпать зажигательную смесь. Тигель поставить в банку с песком. Вставить ленту магния, опустить створку вытяжного шкафа и осторожно поджечь магниевую ленту горячей лучинкой.

#### *2. Свойства металлического ванадия*

На металлический ванадий подействовать разбавленными и концентрированными растворами соляной, серной и азотной кислот. Как относится металлический ванадий к растворам щелочей?

### **Опыт 2. Синтез сульфата ванадила**

Приготовить смесь из 10 г оксида ванадия(V), 30 мл концентрированной серной кислоты и 15 мл воды в виде густой кашицы. Затем прибавить еще 5 мл воды, и нагреть на водяной бане. Затем пропускать сернистый газ до тех пор, пока почти весь оксид ванадия(V) не растворится. Раствор отфильтровать на стеклянном фильтре и упарить на водяной бане до появления кристаллов. Светло-синие кристаллы отделить на стеклянном фильтре, промыть этиловым спиртом, затем ацетоном и высушить в вакуум-эксикаторе над P<sub>4</sub>O<sub>10</sub>.

### **Опыт 3. Хлорид ванадила**

В сухую пробирку внести оксид ванадия(V), прилить 2–3 мл концентрированной соляной кислоты и нагреть. Наблюдать выделение хлора (белый экран).

## РАБОТА 8. ХРОМ. МОЛИБДЕН. ВОЛЬФРАМ

### ХРОМ

#### I. Соединения хрома (II)

##### Опыт 1. Получение соединений хрома(II)

Положить в пробирку несколько кусочков цинка, прилить 2 мл раствора хлорида хрома(III), 2 мл концентрированной соляной кислоты и 1 мл бензина. Пробирку закрыть пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустить в воду (зачем?). Обратить внимание на изменение окраски раствора. Какова роль бензина? Полученный раствор хлорида хрома(II) сохранить и использовать в следующих реакциях.

##### Опыт 2. Гидроксид хрома(II)

К 1 мл раствора хлорида хрома(II) осторожно, по каплям прилить 20%-ный раствор гидроксида натрия до образования осадка. Какова его окраска? Растворим ли осадок гидроксида хрома(II) в избытке щелочи?

##### Опыт 3. Восстановительные свойства соединений хрома(II)

1. Налить в пробирку 1 мл полученного раствора хлорида хрома(II) и оставить на воздухе. Как изменяется цвет раствора? Какие свойства проявляет хлорид хрома(II) и какие вещества выступают в качестве окислителя?

2. К 1 мл раствора хлорида хрома(II) прилить немного раствора хлорида железа(III). Что наблюдается?

3. В пробирку, содержащую 1 мл раствора хлорида хрома(II), добавить несколько капель сульфата меди(II).

#### II. Соединения хрома (III)

##### Опыт 4. Гидроксид хрома (III)

1. Налить в пробирку 1 мл раствора соли хрома (III) и прибавить концентрированный раствор аммиака до образования осадка. Отметить цвет и вид осадка.

2. Разделить осадок на две пробирки и изучить его отношение к разбавленным (10%) растворам соляной кислоты и гидроксида натрия.

##### Опыт 5. Гидролиз солей хрома (III)

1. Измерить pH раствора сульфата хрома (III).

2. Приготовить раствор хромита натрия, используя для этой цели возможно малое количество раствора гидроксида натрия, и прокипятить его. Что наблюдается?

3. В три пробирки налить по 1 мл раствора сульфата хрома(III). В одну добавить немного раствора сульфида натрия, во вторую – карбоната натрия, в третью – раствора тиосульфата натрия.

### **Опыт 6. Комплексные соединения хрома (III)**

1. К раствору хлорида хрома(III) прилить насыщенный раствор хлорида аммония и концентрированный раствор аммиака. Что наблюдается? Какова роль хлорида аммония в данной реакции? Что можно сказать об устойчивости аммиачных комплексов хрома? Добавить воды.

2. Растворить немного кристаллического хлорида хрома(III) в минимальном количестве воды и добавить насыщенный раствор хлорида калия.

3. В двух пробирках растворить по несколько кристаллов гексагидрата хлорида хрома(III) в минимальном количестве воды. Одну пробирку нагреть в пламени спиртовки, наблюдая все изменения окраски раствора и делая отметки в журнале. Вторую оставить в качестве контрольной. Написать координационные формулы хлороаквакомплексов хрома, соответствующие каждой окраске раствора. Как называются такого рода изомеры?

### **Опыт 7. Изучение окислительно-восстановительных свойств соединений хрома (III)**

#### *1. Восстановительные свойства*

а) Внести в пробирку 1 мл раствора сульфата хрома(III) и добавить равный объем раствора хлорида железа(III). Наблюдаются ли признаки реакции? О чем может свидетельствовать результат данного опыта?

б) В пробирку с 1 мл раствора сульфата хрома(III) добавить 1 мл разбавленного раствора серной кислоты и немного сухого висмутата натрия. Тщательно перемешать смесь и нагреть. Как изменилась окраска раствора и о появлении какого соединения она свидетельствует?

в) К 1 мл раствора сульфата хрома(III) прилить избыток раствора щелочи и бромной воды. Смесь подогреть. Отметить изменение окраски раствора, совпадает ли она с окраской, зафиксированной в опыте 7.1б?

г) Приготовить раствор хромита натрия, добавив к 1 мл раствора сульфата хрома(III) 2 мл 20%-ного раствора гидроксида натрия. Прилить к полученному раствору 2 мл 5%-ного раствора пероксида водорода и нагревать пробирку до изменения окраски. Какую окраску приобрел раствор? Эта реакция используется для обнаружения ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в аналитической химии.

#### *2. Окислительные свойства*

а) К 1 мл раствора сульфата хрома(III) прилить равный объем хлорида олова(II). Что наблюдается?

б) Подействовать на раствор сульфата хрома(III) равным объемом иодида калия. Наблюдаются ли признаки реакции?

в) Подкислить 0.5 мл раствора сульфата хрома(III) равным объемом 20%-ного раствора серной кислоты, покрыть образовавшийся раствор тонким слоем бензина, затем добавить немного порошка магния. Наблюдать за происходящим в течение 1 минуты.

### III. Соединения хрома (VI)

#### Опыт 8. Свойства оксида хрома(VI)

##### 1. Кислотные свойства

Несколько кристалликов оксида хрома(VI) внести в пробирку и добавить немного воды. Что происходит?

##### 2. Термическое поведение (Опыт проводить в вытяжном шкафу!)

Несколько кристалликов оксида хрома(VI) поместить в тигель и нагреть. Что наблюдается? К какому типу окислительно-восстановительных реакций относится данная реакция?

##### 3. Окислительные свойства

а) (Опыт проводить в вытяжном шкафу!) Несколько кристалликов оксида хрома(VI) поместить в тигель и налить 2–5 капли этилового спирта.

б) К нескольким кристалликам оксида хрома(VI), помещенным в пробирку, добавить немного раствора иодида калия. Что наблюдается?

#### Опыт 9. Равновесия в водных растворах хроматов и дихроматов

##### 1. Влияние на равновесие кислотности среды

Налить в пробирку 1 мл раствора дихромата калия, в другую пробирку налить такое же количество раствора хромата калия. Подкислить раствор хромата разбавленной серной кислотой. Сравнить цвет растворов в обеих пробирках. К раствору дихромата калия прибавить раствор щелочи. Обратит внимание на изменение окраски.

##### 2. Влияние на равновесие образования малорастворимых хроматов

В две пробирки налить по 1 мл раствора дихромата калия и прилить равные объемы растворов: в одну – хлорида бария, в другую – нитрата свинца. Отметить цвет осадков и растворов. Учитывая, что хромат и дихромат бария отличаются цветом, объяснить наблюдаемое с точки зрения произведения растворимости хромата и дихромата бария.

#### Опыт 10. Окислительные свойства хроматов и дихроматов

##### 1. Взаимодействие в кислой среде

Налить в три пробирки по 1 мл раствора дихромата калия, подкислить 1 мл разбавленного раствора серной кислоты и прилить растворы: в первую пробирку – сульфида натрия, во вторую – сульфита натрия, в третью – иодида калия. При отсутствии признаков реакции нагреть растворы.

##### 2. Взаимодействие в щелочной среде

Испытать отношение дихромата калия к рассмотренным выше восстановителям в щелочной среде. Какова формула продукта восстановления дихромата в щелочной среде? Какую окраску он имеет?

##### 3. Взаимодействие в нейтральной среде

Исследовать взаимодействие между дихроматом калия и теми же восстановителями в нейтральной среде. Какое вещество является продуктом восстановления дихромата калия в нейтральной среде, какова его окраска?

Учитывая все результаты опыта, сделайте заключение о том, в какой среде дихромат проявляет окислительные свойства наиболее сильно. Подтвердите свой вывод, проведя расчеты ЭДС для каждой реакции.

### **Опыт 11. Пероксосоединения хрома(VI)**

К 1 мл разбавленного раствора пероксида водорода прилить 1 мл разбавленной серной кислоты, 1 мл диэтилового эфира и несколько капель раствора дихромата калия. Осторожно перемешать смесь. Обратите внимание на окраску водного и эфирного слоя. Какие признаки реакции ещё наблюдаются? Окрашивание эфирного кольца в интенсивно синий цвет при действии на кислые растворы используется как качественная реакция на хромат- и дихромат-ионы. Вместо эфира можно использовать амиловый спирт и некоторые другие органические растворители.

## **МОЛИБДЕН. ВОЛЬФРАМ**

*Данную работу выполнять парами. При этом один из студентов должен выполнять опыты с молибденом, другой – с вольфрамом. В журнале описать результаты обоих экспериментов. При оформлении каждого опыта сопоставить поведение соединений молибдена и вольфрама.*

### **Опыт 1. Оксид молибдена (VI)**

Немного кристаллов молибдата аммония поместить в фарфоровую чашку. Сначала осторожно нагреть в пламени спиртовки, а затем прокалить в муфельной печи при 500°C. Испытать отношение оксида молибдена(VI) к воде, разбавленным и концентрированным растворам кислот (соляной, серной) и щелочей.

### **Опыт 2. Оксид вольфрама(VI)**

Небольшое количество вольфрамата аммония или вольфрамовой кислоты поместить в фарфоровую чашку и сначала осторожно нагреть в пламени спиртовки, а затем прокалить в муфельной печи при 500°C. Испытать отношение оксида вольфрама(VI) к воде, разбавленным и концентрированным растворам кислот (соляной, серной) и щелочей.

### **Опыт 3. Восстановление соединений молибдена(VI) и вольфрама(VI)**

1. Налить в четыре пробирки по 3 мл раствора молибдата аммония, подкислить 2н раствором соляной кислоты, нагреть до кипения и прилить соответственно растворы сульфита натрия, сульфида натрия, хлорида олова(II), а в последнюю пробирку поместить 1-2 гранулы цинка.

2. Аналогичные реакции провести с вольфрамом натрия.

### **Опыт 4. Пероксосоединения молибдена(VI) и вольфрама(VI)**

1. К подкисленному серной кислотой раствору молибдата аммония прилить несколько капель 10%-ного раствора пероксида водорода. Отметить цвет образующегося раствора. Какие изменения в окраске наблюдаются со временем?

2. Такой же опыт провести с раствором вольфрамата натрия.

Какие отличия в окраске растворов соответствующих соединений молибдена и вольфрама наблюдаются? Как это можно объяснить?

#### **Опыт 5. Комплексные соединения молибдена(VI) и вольфрама(VI)**

1. В пробирку с раствором молибдата аммония, подкисленного соляной кислотой, добавить несколько капель раствора роданида калия и столько же раствора хлорида олова(II). С чем связано появление красного окрашивания раствора? В ту же пробирку прилить несколько капель эфира, перемешать раствор стеклянной палочкой и дать отстояться.

2. К насыщенному раствору молибдата аммония (5–6 капель), подкисленному 1–2 каплями концентрированной азотной кислоты, добавить 1 каплю раствора гидрофосфата натрия. Смесь подогреть до появления осадка. Отметить цвет осадка. Каково строение полученного комплекса, к какому классу соединений он относится?

3. Внести в пробирку немного сухого вольфрамата аммония, прибавить 6–8 капель раствора роданида аммония, тщательно перемешать смесь стеклянной палочкой, после чего прибавить 1–2 капли концентрированной соляной кислоты и 2–3 капли раствора хлорида олова(II).

## **ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ**

### **Опыт 1. Получение феррохрома**

Тщательно перемешать в ступке 1 г прокаленного оксида хрома  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , 5 г оксида железа(III) и 1 г порошка алюминия. Смесь поместить в шамотовый тигель, на дно которого насыпать 1 г фторида кальция. В смеси сделать небольшое углубление и насыпать в него зажигательную смесь (1 г порошка магния и 3 г пероксида бария). Тигель поставить в песчаную баню в вытяжном шкафу и поджечь ленту магния.

### **Опыт 2. Отношение хрома к растворам кислот и щелочей**

Испытать отношение хрома к разбавленным и концентрированным растворам кислот и щелочей:

а) 10% и 40% соляной;

б) 10% и 98% серной;

в) 10%, 30% и 60% азотной;

г) 40% гидроксида натрия.

### **Опыт 3. Оксид хрома(III)**

#### **1. Получение оксида хрома(III)**

Поместить фарфоровую чашку в кольцо штатива, внести в нее небольшое количество дихромата аммония и добавить несколько капель этилового спирта. Сильно нагреть дно чашки до начала разложения соли.

#### **2. Изучение кислотно-основных свойств оксида хрома(III)**

а) Испытать отношение оксида хрома(III) к воде, 20%-ным растворам соляной кислоты и гидроксида натрия. При каких условиях данный оксид вступает в кислотно-основные взаимодействия?

б) В два фарфоровых тигля внести немного оксида хрома и добавить равные объемы порошков: в один – пиросульфата калия, в другой – карбоната калия. Сплавить полученные смеси в муфельной печи. Почему окраска образовавшегося сульфата хрома отличается от окраски продажного сульфата хрома(III), имеющегося в лаборатории?

#### **Опыт 4. Синтез хлорида хромилла и изучение его свойств**

##### *1. Синтез хлорида хромилла*

В сухую пробирку поместить смесь 1 г сухого хлорида натрия и 1 г дихромата калия, добавить несколько капель концентрированной серной кислоты и закрыть пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустить в другую сухую пробирку, помещенную в стакан с холодной водой. Осторожно нагреть реакцию смесь.

##### *2. Поведение в водном растворе*

Влить в стакан с водой 2–3 капли полученного продукта.

##### *3. Взаимодействие с растворами щелочей*

Поместить в пробирку немного хлорида хромилла и добавить насыщенного раствора хлорида калия. Что наблюдается? Рассмотреть полученные кристаллы под микроскопом.

##### *4. Окислительные свойства хлорида хромилла*

Поместить в первую из четырех выпарительных чашек немного порошка серы, во вторую – красный фосфор, в третью – несколько капель этилового спирта, в четвертую – немного кристаллического нитрата марганца(II). Добавить осторожно в каждую чашку по несколько капель хлорида хромилла. Что наблюдается? Что можно сказать об окислительной активности хлорида хромилла по сравнению с хроматами и дихроматами?

#### **Опыт 5. Синтез гексагидрата хлорида хрома (III)**

5 г хромокалиевых квасцов растворить в охлажденной до 10°С соляной кислоте (раствор 20 мл конц. HCl и 5 мл воды). Раствор отфильтровать, а фильтрат насыщать при 10°С газообразным HCl до выпадения кристаллов  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Кристаллы отфильтровать. С целью очистки их вновь растворить в 3.5 мл воды и повторить осаждение при 10°С как описано выше. Продукт отмыть ацетоном на стеклянном фильтре и осушить в эксикаторе над концентрированной серной кислотой.

#### **Опыт 6. Синтез хлорохромата калия**

2 г растертого в ступке дихромата калия внести в 4 мл горячего 26%-го раствора соляной кислоты. Смесь слегка подогреть в течение 3–5 мин. Профильтровать раствор на воронке для горячего фильтрования и оставить его до следующего занятия. Выпавшие кристаллы отфильтровать на стеклянном фильтре. Кристаллы рассмотреть под микроскопом.

#### **Опыт 7. Синтез хромокалиевых квасцов**

В стакан емкостью 50 мл налить 25 мл воды и растворить в ней 2.5 г дихромата калия. К раствору прилить небольшими порциями при помешивании 8 мл концентрированной серной кислоты. Смесь охладить до комнатной температуры, затем поставить в воду со льдом и по каплям из ка-

пельной воронки приливать этиловый спирт до тех пор, пока раствор не примет фиолетовую окраску. Следить за тем, чтобы температура раствора не доходила до 40°C. Раствор оставить до следующего занятия. Выпавшие кристаллы квасцов отфильтровать и высушить на фильтровальной бумаге. Выбрать хорошо образованный кристалл квасцов, прикрепить его с помощью волоса или тонкой нити к стеклянной палочке и опустить его в маточный раствор. Наблюдать в течение нескольких дней рост кристалла.

#### **Опыт 8. Синтез моногидрата ацетата хрома(II)**

2г металлического хрома обработать без доступа воздуха разбавленной (17%-ной) HCl. Для этого поместить металл в колбу, прилить соляной кислоты и закрыть клапаном Бунзена. После начала выделения водорода прибавить еще 10 мл горячей воды и нагревать реакционную смесь на водяной бане. Когда выделение водорода закончится, отфильтровать светло-голубой раствор CrCl<sub>2</sub>. Фильтрование проводить с помощью обычной стеклянной воронки и бумажного фильтра. Во избежание окисления кислородом воздуха фильтрование проводить в присутствии азота. Использовать азот, хранящийся в газометре. Вначале вытеснить воздух из стакана, в который будет собираться фильтрат, затем при фильтровании направлять струю азота на воронку. Добавить к теплomu раствору 14 г ацетата натрия, растворенного в 50 мл горячей воды и 2 капли ледяной уксусной кислоты. Раствор сразу же становится красным, и через несколько секунд начинают осаждаться блестящие красные кристаллы. Их отфильтровывают на фильтре Шотта, промывают сначала водой, не содержащей воздуха, затем этиловым спиртом (также освобожденным от воздуха) и эфиром.

Вместо металлического хрома можно использовать водный раствор соли хрома(II), полученный другим способом.

#### **Опыт 9. Синтез молибденовой кислоты и изучение ее свойств**

К 2–3 мл 2%-го раствора молибдата аммония прилить 2–3 мл 10%-ного раствора азотной кислоты. Каков состав и цвет осадка? Промыть осадок водой методом декантации и разделить на две части. На одну часть подействовать избытком концентрированной соляной кислоты, на другую – 20%-ым раствором гидроксида натрия. Какого типа соли образует молибденовая кислота при взаимодействии с растворами кислот и щелочей?

#### **Опыт 10. Синтез вольфрамовой кислоты и изучение ее свойств**

1. 0.5 г вольфрамата натрия поместить в фарфоровую чашку, прилить 1.5 мл концентрированной соляной кислоты и 1 мл концентрированной азотной кислоты. Полученный раствор нагреть до кипения, после чего нагревание прекратить и через 5 мин прилить 8 мл воды. Полученное вещество отмыть горячей водой методом декантации до отрицательной реакции на присутствие кислоты (измерять pH раствора).

2. Приготовить насыщенный раствор вольфрамата натрия, содержащий 0.5 г твердой соли, и прилить к нему равный объем 10%-го раствора

соляной кислоты. Выделившийся осадок промыть методом декантации водой, подкисленной слегка соляной кислотой.

Каков цвет и состав вольфрамowych кислот, полученных в первом и втором опытах? Испытать отношение вольфрамowych кислот к 10%-ным растворам щелочи и кислот. Какие типы солей образует вольфрамовая кислота при взаимодействии с растворами кислот и щелочей?

#### **Опыт 11. Синтез парамолибдата натрия**

В стакан емкостью 100 мл налить 20 мл раствора молибдата натрия. Нагреть раствор и внести в него при помешивании небольшими порциями свежесосажденную молибденовую кислоту до тех пор, пока не прекратится ее растворение. Раствор профильтровать и упарить на водяной бане до начала кристаллизации. Раствор охладить и выделившиеся кристаллы отфильтровать. Рассмотреть кристаллы под микроскопом, сравнить их с кристаллами исходного молибдата натрия. Маточный раствор разлить в ряд пробирок и прилить в них раствор солей кальция, алюминия и железа.

#### **Опыт 12. Синтез паравольфрамата натрия**

В стакан емкостью 100 мл, снабженный механической мешалкой, налить 20 мл 50%-го раствора гидроксида натрия, поставить стакан на водяную баню и небольшими порциями при энергичном помешивании ввести в виде влажной суспензии рассчитанное количество свежесосажденной вольфрамовой кислоты. В конце реакции рН раствора должен быть 6–6.5. Раствор профильтровать, немного упарить и оставить на сутки. Выделившиеся кристаллы отделить фильтрованием. Рассмотреть форму кристаллов паравольфрамата натрия под микроскопом.

#### **Опыт 13. Синтез тиомолибдата аммония**

Около 5 г молибдата аммония растворить в 15 мл воды и добавить 50 мл 16%-ного раствора аммиака. Раствор влить в колбу и пропускать сероводород через раствор в течение 1.5–2 часов. Наблюдать окрашивание раствора сначала в желтый цвет, затем в красный и, наконец, в темно-красный цвет. Прилить к раствору 10 мл спирта. Выделившиеся ярко-красные кристаллы с металлическим блеском отфильтровать на воронке Бюхнера (под тягой), промыть холодной водой и спиртом. Рассмотреть полученные кристаллы под микроскопом. Часть кристаллов тиомолибдата аммония растворить в возможно малом количестве воды. Разлить раствор в две пробирки. В одну прилить раствор 10%-ной соляной кислоты, в другую – концентрированной азотной кислоты. Что происходит?

#### **Опыт 14. Синтез тиовольфрамата аммония**

Налить в пробирку 2–3 мл раствора вольфрамата натрия, добавить 2–3 капли концентрированного раствора аммиака и пропустить в раствор ток сероводорода. Какое соединение образуется в растворе? Подкислить полученный раствор 10%-ной соляной кислотой. Каков состав выделившегося осадка?

## РАБОТА 9. МАРГАНЕЦ

### I. Соединения марганца (II)

#### Опыт 1. Получение и свойства гидроксида марганца (II)

Получить гидроксид марганца(II) обменной реакцией действием раствора щелочи на любую соль марганца(II). Отметить цвет осадка. Перемешать осадок и перенести полученную взвесь в пять пробирок. В первой пробирке жидкость с осадком хорошо перемешать и наблюдать за постепенным изменением цвета осадка. На осадок во второй пробирке подействовать соляной кислотой. К осадку в третьей пробирке добавить разбавленный (2н.) раствор гидроксида натрия (калия), а к осадку в четвертой – прилить концентрированный (40%-ный) раствор гидроксида калия или натрия и нагреть раствор до кипения. В пятую пробирку прилить бромную воду.

#### Опыт 2. Изучение свойств растворимых солей

##### 1. Гидролиз

Помесить небольшое количество (около 0.1 г) кристаллического нитрата или хлорида марганца(II) в пробирку и прилить 5 мл воды. С помощью универсального индикатора определить реакцию среды полученного раствора.

##### 2. Восстановительные свойства

а) В три пробирки внести небольшие количества кристаллических веществ: в одну – висмутата натрия, во вторую – оксида свинца(IV), в третью – пероксодисульфата аммония (добавить в пробирку 2–3 капли нитрата серебра). Добавить к содержимому каждой пробирки немного 20%-ной азотной кислоты и немного (0.5 мл) раствора нитрата марганца(II). Что наблюдается? При отсутствии признаков реакции при обычной температуре растворы немного нагрейте, а затем дайте некоторое время постоять.

б) В пробирку налить немного (0.5 мл) раствора нитрата марганца, добавить немного концентрированного (40%-ного) раствора гидроксида натрия (калия), затем прилить 1–2 мл бромной воды.

#### Опыт 3. Получение малорастворимых солей марганца(II)

Налить в четыре пробирки по 1 мл следующих растворов: 5%-го раствора желтой кровяной соли  $K_4[Fe(CN)_6]$ , 4%-го раствора гидрофосфата калия (натрия), 4%-го раствора хромата натрия (калия), карбоната натрия. Отметьте цвет образующихся осадков, напишите их химические формулы.

2. К раствору соли марганца(II) прилить раствор сульфата аммония. Какое вещество выпадает в осадок? Как изменяется цвет осадка при стоянии на воздухе?

## II. Соединения марганца (III)

### Опыт 4. Оксид марганца (III)

#### 1. Кисотно-основные свойства

В пробирку поместить немного кристаллического оксида марганца(III) (браунита). Добавить 2 мл 50% серной кислоты. Оставить полученный раствор для последующих опытов.

#### 2. Окислительно-восстановительные свойства

##### а) Реакции диспропорционирования

В две пробирки поместить немного порошка оксида марганца(III) и прилить разбавленные (2н.) растворы кислот: в первую – серной, во вторую – азотной. Что происходит? При отсутствии признаков реакции содержимое пробирок нагреть.

##### б) Окислительные свойства

Внести в пробирку немного кристаллического оксида марганца(III), добавить 1 мл концентрированной соляной кислоты. При отсутствии признаков реакции нагреть раствор до кипения. Что наблюдается?

### Опыт 5. Сульфат марганца(III)

В опыте использовать кислый раствор сульфата марганца(III), полученный ранее. Объяснить, почему раствор этой соли имеет красновато-коричневую окраску, хотя в свободном виде эта соль темно-зеленая.

#### 1. Обменное взаимодействие со щелочами

В две пробирки налить немного (около 0.5 мл) кислого раствора сульфата марганца и осторожно, по каплям (для чего необходимы меры предосторожности?) добавить в одну пробирку концентрированного (40%-ного) раствора гидроксида натрия, в другую – концентрированный раствор аммиака.

#### 2. Окислительно-восстановительные свойства

##### а) Реакции диспропорционирования

В пробирку налить около 0.5 мл раствора сульфата марганца(III) и прилить осторожно, по каплям 2 мл воды (почему это нужно делать осторожно?). Оставить раствор на некоторое время. Что наблюдается? Как можно объяснить высокую склонность солей марганца(III) в водных нейтральных и слабокислых растворах к реакциям диспропорционирования?

##### б) Окислительные свойства

К 1 мл раствора сульфата марганца(III) добавить 1мл концентрированной соляной кислоты.

## III. Соединения марганца (IV)

### Опыт 6. Окислительно-восстановительные свойства

#### 1. Окислительные свойства

а) К небольшому количеству порошка оксида марганца(IV) прилить немного концентрированной серной кислоты. Затем пробирку осторожно

нагреть в пламени спиртовки. Что наблюдается? Доказать, какой газ выделяется.

б) Подействовать на оксид марганца(IV) концентрированной соляной кислотой и нагреть смесь.

в) В две пробирки поместить небольшое количество порошка, добавить в каждую немного разбавленной (20%-ной) горячей серной кислоты и затем внести в одну – немного кристаллического нитрита калия, а в другую – раствора сульфата железа(II).

### *2. Восстановительные свойства*

Внести в пробирку немного порошков оксида марганца(IV) и висмута натрия. Прилить немного разбавленной (20%-ной) серной кислоты и нагреть раствор. Что наблюдается? Объясните возможность ее протекания, пользуясь величинами стандартных электродных потенциалов.

### *3. Диспропорционирование*

Налить в пробирку 2 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия и поместить ее в стакан со льдом. Через несколько минут добавить порошок оксида марганца(IV). Оставить пробирку на 10 минут. Что наблюдается? После окончания реакции удалить охлаждающую смесь. Что наблюдается через некоторое время?

## **IV. Соединения марганца (VI)**

### **Опыт 7. Окислительно-восстановительные свойства**

#### *1. Диспропорционирование*

В три пробирки внести немного кристаллического манганата калия и добавить в одну 2 мл воды, а в другую – 2 мл разбавленной уксусной кислоты, в третью – 2 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия.

#### *2. Окислительные свойства*

1. В две пробирки налить немного порошка полученного манганата калия. В одну пробирку добавить немного разбавленной серной кислоты и сульфат железа(II), в другую – раствор сульфата натрия и пробирку слегка нагреть. Что наблюдается? Почему образуются различные продукты восстановления?

2. Прилить к раствору манганата калия немного хлорной воды. Что наблюдается?

3. Раствор манганата калия сильно разбавить водой и добавить несколько капель уксусной кислоты. Как и почему изменяется цвет раствора?

## **V. Соединения марганца (VII)**

### **Опыт 8. Оксид марганца(VII)**

*Опыт проводить под тягой, в присутствии преподавателя!*

Несколько кристаллов перманганата калия растереть в порошок и поместить в фарфоровую чашку. С помощью пипетки или стеклянной тру-

бочки смочить соль несколькими каплями 96%-ного раствора серной кислоты. Конец стеклянной палочки смочить приготовленной смесью и коснуться им фитиля спиртовки. Что наблюдается? ***Ни в коем случае нельзя повторять опыт с уже использованной стеклянной палочкой, т.к. это может привести к взрыву смеси.***

### **Опыт 10. Свойства перманганатов**

#### *1. Термическое разложение*

Поместить в пробирку несколько кристаллов перманганата калия. Пробирку закрепить в штативе горизонтально и нагреть пламенем спиртовки. Внести в отверстие пробирки тлеющую лучинку.

*2. Окислительно-восстановительные свойства перманганата в зависимости от кислотности среды*

#### *а) восстановление в кислой среде*

Налить в три пробирки по 1 мл раствора перманганата калия, подкислить серной кислотой и добавить соответственно растворы сульфата железа(II), иодида калия и этилового спирта. К 1 мл раствора перманганата калия прилить 1 мл концентрированной серной кислоты. Что наблюдается? Какое вещество выступает в роли восстановителя? Какова роль серной кислоты?

#### *б) восстановление в нейтральной среде*

К небольшим количествам раствора перманганата калия в отдельных пробирках прилить растворы сульфата железа(II), сульфита натрия, иодида калия, концентрированного раствора аммиака и сульфата марганца(II). При отсутствии признаков реакции растворы подогреть.

В пробирку поместить немного кристаллического перманганата калия и растворить в 1 мл воды. Понюхать раствор и оставить на 5–10 мин. Измерить водородный показатель раствора с помощью пальчикового рН-метра. Вылить раствор. Что образуется на стенках пробирки? О чем это свидетельствует? Как на практике может быть использовано это свойство раствора перманганата калия?

#### *в) восстановление в щелочной среде*

В две пробирки налить по несколько капель концентрированного раствора перманганата калия, добавить немного концентрированного раствора щелочи и внести в одну пробирку порошка сульфита натрия, в другую – порошка тиосульфата натрия. Как изменяется цвет раствора?

Как влияет рН среды на характер восстановления перманганатов в водном растворе? Используя справочные значения стандартных окислительно-восстановительных потенциалов соответствующих электрохимических систем, покажите, что все выше предложенные реакции с участием перманганата калия будут протекать.

## ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

### Опыт 1. Получение металлического марганца

Для получения металлического марганца методом алюминотермии используют оксид  $Mn_3O_4$ . Для его приготовления 20 г тщательно измельченного в ступке оксида марганца(IV) поместить в фарфоровый тигель и прокалить при  $800^\circ C$  в муфельной печи в течение часа. После охлаждения полученный  $Mn_3O_4$  растереть и тщательно перемешать с 5г порошка алюминия. Смесь поместить в корундовый тигель, сделать в ней углубление и заполнить его 5 г зажигательной смеси. Тигель поставить в вытяжной шкаф в сухой песок. Вставить в центр, где находится зажигательная смесь, магниевую ленту и поджечь ее.

### Опыт 2. Взаимодействие марганца кислотами и щелочами

Испытать отношение марганца к разбавленным и концентрированным растворам кислот:

- а) 10% и 40% соляной.
- б) 10% и 98% серной;
- в) 10%, 30% и 60% азотной;

Внимательно рассмотрите окраску растворов. Образование каких ионов обуславливает появление характерной окраски раствора? На устойчивость каких соединений в кислой среде указывают результаты проведенных опытов?

Испытать отношение марганца к 40% раствору гидроксида натрия. О чем свидетельствуют результаты этого исследования?

### Опыт 3. Синтез оксида марганца(II, III)

Поместить в фарфоровый тигель 10 г оксида марганца(IV). Прокалить оксид в муфельной печи при температуре в пределах  $1000-1100^\circ C$  в течение 2-х часов до постоянного веса. После прокаливания тигель закрыть крышкой в печи и быстро охладить.

### Опыт 4. Синтез оксида марганца (III)

Поместить в фарфоровый тигель 10 г оксида марганца(IV). Прокалить оксид в муфельной печи при температуре в пределах  $580-620^\circ C$  в течение 2-х часов до постоянного веса. При этих условиях получается  $\alpha$ -форма оксида марганца(III) черного цвета. При более высокой температуре возможно образование оксида марганца(II,III) ( $Mn_3O_4$ ).

### Опыт 5. Синтез пентахлороманганата (III) калия

В вытяжном шкафу внести при помешивании 5 г порошка перманганата калия в 50 мл 40%-го раствора соляной кислоты. Образующийся мелкий коричневый осадок при перемешивании постепенно растворяется, при этом наблюдается интенсивное выделение хлора. Реакционную смесь оставить на 2ч., после чего образовавшейся темный красно-коричневый раствор осторожно перелить в другой сосуд, а оставшийся осадок отбросить. Затем приливать к полученному раствору по каплям, при перемешивании насыщенный раствор хлорида калия до тех пор, пока раствор не станет

слабоокрашенным. Отфильтровать кристаллы  $K_2MnCl_5$  через стеклянный фильтр и высушить в эксикаторе над гидроксидом калия. Описать внешний вид полученного комплексного соединения, взвесить его и рассчитать выход продукта.

К низко- или высокоспиновым комплексам относится полученное соединение? Приведите электронную конфигурацию иона- комплексобразователя. Принимая во внимание электронную конфигурацию центрального иона и природу лигандов, укажите возможность проявления эффекта Яна-Теллера. Как это должно сказаться на его восстановительной активности. Может ли это комплексное соединение долго храниться на воздухе? Какие реакции могут при этом протекать?

#### **Опыт 6. Синтез тригидрата триоксалатоманганата(III) калия**

В стакан объемом 100 мл внести 40 мл воды и растворить в ней при нагревании до  $70-75^\circ\text{C}$  6.3 г щавелевой кислоты. Затем небольшими порциями при помешивании добавить 1.26 г растертого перманганата калия до обесцвечивания раствора, после этого также небольшими порциями внести 1.38 г карбоната калия. С помощью охлаждающей смеси, при частом помешивании довести температуру раствора до  $4-5^\circ\text{C}$  и затем, не прекращая охлаждения, добавить к нему 32 мл воды, доведенной предварительно до температуры  $0-1^\circ\text{C}$ . Всю дальнейшую работу следует проводить по возможности в темноте. Окислить  $Mn(II)$  до  $Mn(III)$  путем постепенного прибавления 0.32 г растертого перманганата калия; смесь перемешивать еще в течение 10 мин при  $0-2^\circ\text{C}$ . Полученный вишнево-красный раствор отфильтровать через предварительно охлажденный до  $0^\circ\text{C}$  стеклянный фильтр Шотта. Фильтрат собрать в охлажденный стакан и добавить охлажденный во льду спирт, объем которого равен половине объема фильтрата. Водно-спиртовой раствор поставить для кристаллизации на 2 часа в охлаждающую смесь из льда и хлорида натрия.

Выделившееся соединение отфильтровать на предварительно охлажденном стеклянном фильтре. Затем кристаллы промыть на фильтре: вначале четырьмя порциями по 5 мл 50%-ного (по объему) спирта, порцией 95%-ного спирта, тремя порциями диэтилового эфира. Все промывные жидкости должны быть предварительно охлаждены льдом. Полученные темные, красно-фиолетовые кристаллы состава  $K_3[Mn(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$  поместить в бюкс. Рассчитать выход продукта. Почему нужно добавлять спирт, чтобы выделить кристаллы? Каков механизм его влияния?

#### **Опыт 7. Дигидрат диоксалатодигидроксоманганата(IV) калия**

7.06 г щавелевой кислоты растворить в 100 мл воды, охладить раствор до  $0^\circ\text{C}$  и добавить к нему при помешивании 2.5 г растертого перманганата калия и 1.91 г оксалата калия. Смесь интенсивно перемешивать в течение 20 мин, наблюдая за температурой. Как только температура достигнет  $7^\circ\text{C}$ , и при этой температуре начнется довольно сильное выделение

оксида углерода(IV), необходимо образовавшийся темно-зеленый раствор при перемешивании быстро охладить с помощью достаточно эффективной охлаждающей смеси до 0°C и быстро отсосать через воронку Бюхнера с бумажным фильтром. Фильтрат тотчас же поставить в охлаждающую смесь и при 0°C добавить к нему небольшими порциями 40 мл спирта. В течение короткого времени должна выделиться комплексная соль в виде мелкого зеленого кристаллического порошка. Соль быстро отфильтровать (через воронку Бюхнера), промыть на фильтре охлажденными до 0°C 50%-ным спиртом, 95%-ным спиртом и диэтиловым эфиром и перенести в бюкс. Взвесить полученные кристаллы состава  $K_2[Mn(C_2O_4)_2(OH)_2] \cdot 2H_2O$  и рассчитать выход продукта.

### **Опыт 8. Синтез и свойства тетраоксоманганата(V) натрия**

#### **1. Синтез $Na_3MnO_4$**

В стакан емкостью 200 мл поместить 2 г растертого в мелкий порошок перманганата калия, 50 мл 28%-ного раствора гидроксида натрия и 7 г тщательно растертого в порошок гептагидрата сульфита натрия. Стакан поместить в баню со смесью льда и хлорида натрия. Реакционную смесь в стакане перемешивать при охлаждении до тех пор, пока она не превратится в однородную светло-голубую (возможен зеленоватый оттенок) кристаллическую массу. Получившуюся массу отфильтровать на стеклянном фильтре Шотта №3, охлажденном льдом. Затем промыть осадок на фильтре 28%-ым раствором гидроксида натрия, охлажденным до 0°C.

#### **2. Окислительно-восстановительные свойства**

##### **а) Реакции диспропорционирования**

В две пробирки поместить немного кристаллического тетраоксоманганата(V) натрия и налить в одну пробирку воды, в другую – разбавленной (20%-ной) серной кислоты. При отсутствии реакции в первой пробирке нагреть ее. Объяснить отличия в продуктах диспропорционирования в нейтральной и кислой средах?

##### **б) Окислительные свойства**

Прилить к небольшому количеству кристаллического тетраоксоманганата(V) натрия 0.5 мл концентрированной соляной кислоты, на другую порцию этого вещества подействовать раствором сульфита натрия.

##### **в) Восстановительные свойства**

Подействовать на кристаллический тетраоксоманганат(V) натрия в одной пробирке бромной водой, на это же вещество во второй пробирке подействовать раствором перманганата калия. Что наблюдается в каждом случае?

### **Опыт 9. Синтез манганата(VI) калия разложением перманганата калия в водных растворах щелочей**

В колбу Эрленмейера объемом 250 мл внести 10 г  $KMnO_4$ , 30 г гидроксида калия и 50 мл воды. Прокипятить раствор в открытой колбе до окрашивания раствора в чисто зеленый цвет. Довести объем полученного

раствора водой до исходного и поместить колбу в лед. Выпавшие черно-зеленые кристаллы отфильтровать на стеклянном фильтре Шотта, промыть при сильном отсасывании небольшим количеством (5 мл) раствора 1н. раствора гидроксида калия.

#### **Опыт 10. Синтез манганата калия окислительным сплавлением оксида марганца(IV)**

Сплавить в железном тигле на электроплитке смесь 1 г гидроксида калия, 2 г карбоната калия и 3 г нитрата калия. Перемешивая жидкую массу железной проволокой, внести небольшими порциями 1.7 г оксида марганца(IV), растертого в порошок. Продолжать нагревание, не переставая перемешивать, пока масса не делается густой. После охлаждения обработать сплав в тигле небольшим количеством воды. Прозрачный раствор слить в колбочку, закрыть пробкой и сохранить для изучения свойств. Каков цвет раствора? Какое вещество сообщает ему окраску?

#### **Опыт 11. Синтез перманганата калия гидролизом манганата**

10 г манганата калия растереть в ступке, перенести в колбу, добавить 100 мл воды и пропустить при кипячении через раствор углекислый газ до его окрашивания в малиновый цвет. Дать раствору отстояться, затем профильтровать через воронку со стеклянным фильтром. Упарить раствор на водяной бане до начала кристаллизации перманганата калия. Полученные кристаллы отфильтровать на фильтре Шотта и высушить. Каков промышленный способ получения перманганата калия?

## **РАБОТА 10. ЖЕЛЕЗО. КОБАЛЬТ. НИКЕЛЬ**

### **ЖЕЛЕЗО**

#### **Опыт 1. Свойства металлического железа**

1. В три пробирки налить разбавленные растворы кислот: соляной (10%), азотной (30%) и серной (20%). В другие три – концентрированные растворы тех же кислот. В каждую пробирку поместить небольшое количество железных опилок. Что происходит на холоде и при нагревании?

2. В три пробирки поместить по 2–3 мл растворов: в первую – хлорида олова(II), во вторую – нитрата ртути(II), в третью – сульфата меди(II). В каждую пробирку опустить железный гвоздь, зачищенный наждачной бумагой. Что наблюдается? Какие металлы, кроме указанных, можно вытеснить железом из растворов их солей?

### **II. Соединения железа (II)**

#### **Опыт 2. Получение и свойства гидроксида железа(II)**

Налить в пробирку 2 мл свежеприготовленного раствора соли Мора и приливать по каплям раствор гидроксида натрия. Что происходит? Какой цвет выпавшего осадка? Что происходит с ним при стоянии на воздухе?

### **Опыт 3. Сульфид железа(II)**

На раствор сульфата железа(II) подействовать раствором сульфида натрия. Что происходит? Полученный осадок разделить на две пробирки. На одну часть осадка подействовать разбавленной соляной кислотой, на другую – разбавленной серной кислотой. Подтвердите отношение этой соли к разбавленным кислотам, рассчитав константу химического равновесия реакции обменного взаимодействия сульфида железа(II) с сильными кислотами.

### **Опыт 4. Восстановительные свойства соединений железа(II)**

Подействовать на подкисленный раствор сульфата железа(II) поочередно бромной водой, раствором дихромата калия, раствором перманганата калия, 3%-ным раствором пероксида водорода и раствором нитрата серебра. Объяснить полученные результаты с привлечением значений стандартных окислительно-восстановительных потенциалов.

## **III. Соединения железа (III)**

### **Опыт 5. Гидроксид железа(III)**

В пробирку налить 1 мл раствора хлорида железа(III) и прилить избыток 5%-го раствора гидроксида аммония. Что наблюдается? Выпавший осадок промыть водой с помощью декантации и разделить на три части. Подействовать на одну порцию раствором соляной кислоты, на вторую – раствором азотной кислоты, на третью раствором щелочи. Опишите все признаки реакции. Что можно сказать о кислотно-основных свойствах гидроксида железа(III)? Как объяснить отсутствие окраски раствора, полученного при действии азотной кислотой?

### **Опыт 6. Окислительные свойства соединений железа(III)**

На раствор хлорида железа (III) подействовать растворами иодида калия, тиосульфата натрия, сульфита натрия и хлорида олова(II). Что происходит? Для объяснения наблюдаемых реакций использовать значения стандартных окислительно-восстановительных потенциалов.

## **IV. Соединения железа (VI)**

### **Опыт 7. Получение и свойства феррата натрия**

*(Опыт проводить под тягой)*

В фарфоровый тигель поместить несколько кусочков твердого гидроксида натрия, добавить 1 мл раствора сульфата железа(III) и 2-3 капли жидкого брома. Смесь слегка нагреть. Что Полученный раствор феррата натрия разлить в три пробирки. Подействовать на содержимое одной пробирки раствором хлорида бария, к раствору во второй пробирки осторожно, по каплям (во избежание бурного протекания реакции нейтрализации) добавить 2н. раствор серной кислоты, к раствору феррата натрия в третьей пробирке прилить раствор сульфида натрия.

# КОБАЛЬТ

## I. Соединения кобальта (II)

### Опыт 1. Гидроксид кобальта(II)

К 1 мл раствора сульфата кобальта(II) приливать по каплям разбавленный раствор гидроксида натрия до образования осадка. Какова его окраска и состав? Затем добавить еще некоторое количество щелочи и нагреть пробирку при постоянном перемешивании осадка. Как изменилась окраска осадка и его состав? Осадок промыть водой и разделить на четыре части. Одну пробирку оставить на воздухе и наблюдать за происходящим в течение 5 минут. На вещество во второй и третьей пробирках подействовать соответственно 2н. раствором соляной кислоты и концентрированным (40%-ным) раствором гидроксида натрия. Описать признаки реакций. Что можно сказать о кислотно-основных свойствах гидроксида кобальта(II), учитывая результаты опыта? К гидроксиду кобальта в четвертой пробирке прилить концентрированный раствор аммиака. Наблюдать за происходящим в течение 1-2 минут. О чем свидетельствуют результаты опыта? Какова роль аммиака в этой реакции? Как называется этот эффект?

### Опыт 2. Соли кобальта(II)

1. Налить в две пробирки раствор соли кобальта(II) и прилить к одной сероводородную воду, а к другой – сульфид натрия. Что наблюдается в обоих случаях? Подтвердить образование осадков, рассчитав константы равновесия соответствующих гетерогенных реакций.

2. Прилить к 1 мл раствора соли кобальта(II) раствор карбоната натрия. Объяснить, почему в результате реакции образовался не средний карбонат.

3. Прилить к раствору соли кобальта раствор гидрофосфата натрия. Описать признаки реакции. Каков состав выпавшего осадка? Какова причина образования именно этого фосфата?

### Опыт 3. Комплексные соединения кобальта

#### 1. Аквакомплекс кобальта(II)

а) Налить в две пробирки по 0.5 мл насыщенного раствора кобальта(II). Обратит внимание на окраску раствора. Добавить к первой пробирке равный объем концентрированной соляной кислоты, ко второй – осторожно прилить концентрированной серной кислоты.

б) Поместить в пробирку с помощью стеклянной палочки несколько кристалликов соли кобальта(II). Добавить немного этилового спирта. Какова окраска полученного раствора? Прилить несколько капель воды. Какие изменения в окраске наблюдаются при этом?

в) На полоске фильтровальной бумаги с помощью стеклянной палочки сделайте надпись разбавленным раствором хлорида кобальта. Подсушите полученную надпись некоторое время на воздухе. Затем нагрейте ее

над пламенем спиртовки. Что при этом происходит? Какие изменения наблюдаются после охлаждения надписи?

Укажите область практического применения солей кобальта, связанного с легкостью образования и разрушения гидратных комплексов и различием в окраске безводных и гидратных форм.

### *2. Роданидный комплекс кобальта(II)*

Внести в пробирку несколько капель насыщенного раствора соли кобальта(II) и добавлять по каплям насыщенный раствор роданида аммония до изменения окраски. Добавлять к полученному раствору по каплям воду до появления признаков реакции. В чем они проявляются? Добавить к полученному раствору несколько капель смеси спирта и эфира. Какова окраска спиртово-эфирного слоя? О чем это свидетельствует? Какую роль играет эта смесь?

### *3. Аммиачный комплекс кобальта(II)*

Налить в пробирку около 0.5 мл раствора соли кобальта(II) и по каплям добавить концентрированный (25%-ный) раствор аммиака до выпадения осадка, а затем его растворения из-за образования комплексного соединения. Оставить раствор на воздухе. Что происходит с ним через некоторое время? Почему кислород, не являясь сильным окислителем, окисляет в данных условиях кобальт(II)? Какую роль играет аммиак в этом процесс? Как называется этот эффект?

### **Опыт 4. Качественные реакции на $Co^{2+}$**

1. 1 мл раствора соли кобальта(II) подкислить уксусной кислотой, затем добавить 1 мл насыщенного раствора нитрита калия. Потереть стеклянной палочкой о стенку пробирки. Какие функции и почему выполняет нитрит в этой реакции?

2. Поместить на предметное стекло каплю раствора соли кобальта(II), подкисленного уксусной кислотой. Прибавить одну каплю раствора тетрароданомеркураата аммония (калия). Какую окраску имеют выпавшие кристаллы? Рассмотреть их под микроскопом.

## **II. Соединения кобальта (III)**

### **Опыт 5. Гидроксид кобальта(III)**

В две пробирки налить 1 мл нитрата кобальта(II) и добавить по одному мл разбавленного раствора гидроксида натрия. К полученной смеси в одной пробирке добавить 1–2 мл бромной или свежей хлорной воды, в другую пробирку – налить раствор пероксида водорода. Полученный осадок промыть методом декантации и разместить в трех пробирках. Испытать отношение полученного вещества к 20%-ному раствору серной кислоты, концентрированному раствору соляной кислоты и концентрированному раствору щелочи. Какие особенности химического характера гидроксида кобальта(III) подчеркивают проведенные опыты? Почему не удается

получить в растворах катионные соли кобальта(III), добавляя соответствующие кислоты?

### **Опыт 6. Комплексные соединения кобальта(III)**

#### *1. Аммиачный комплекс кобальта(III)*

К раствору хлорида кобальта(II) добавить немного кристаллического хлорида аммония, затем прилить концентрированный раствор аммиака. Обратить внимание на окраску раствора. Затем добавить 3%-ный раствор пероксида водорода. Что наблюдается? Сохранить раствор для следующего опыта.

#### *2. Трис(этилендиамин)кобальт(III) хлорид*

К раствору аммиачного комплекса кобальта(III), полученного в опыте 6.1, добавить немного кристаллического этилендиамина. Нагреть полученную смесь. Что происходит? Как изменяется окраска раствора?

#### *3. Гексанитрокобальтат(III) натрия*

Налить в пробирку небольшое количество раствора соли кобальта(III), подкислить уксусной кислотой. Затем добавить насыщенный раствор нитрита натрия и нагреть полученный раствор. Каковы особенности поведения в данной реакции нитрита натрия?

### **Опыт 7. Оксид кобальта(III)**

#### *1. Получение оксида кобальта*

Поместить в тигель небольшое количество кристаллического нитрата кобальта(II). Нагреть вещество в пламени спиртовки до прекращения выделения газообразных продуктов. Описать внешний вид полученного продукта разложения.

#### *2. Окислительные свойства оксида кобальта(III)*

После охлаждения тигля поместить вещество в две пробирки. Затем налить в одну из пробирок 1 мл концентрированной соляной кислоты, в другую – 1 мл концентрированной серной кислоты и нагреть раствор до кипения. Что наблюдается? Какую роль в реакции играет серная кислота?

## **НИКЕЛЬ**

### **I. Соединения никеля (II)**

#### **Опыт 1. Оксид никеля(II)**

Поместить в три пробирки немного оксида никеля. Налить в одну пробирку 1 мл концентрированной соляной кислоты, в другую – концентрированный раствор щелочи, в третью – концентрированный раствор аммиака. Принимая во внимание полученные результаты, охарактеризуйте кислотно-основные свойства оксида никеля(II).

#### **Опыт 2. Гидроксид никеля(II)**

Налить в пробирку 2 мл раствора соли никеля(II) и прилить раствор гидроксида натрия. Каков цвет выпавшего осадка? Промыть осадок водой

методом декантации, разделить на четыре части и испытать отношение к реагентам: к 20% -ному раствору соляной кислоты, к концентрированному (40%-ному) раствору щелочи, к концентрированному (25%-ному) раствору аммиака, раствору хлорида аммония. Учитывая результаты опытов, охарактеризуйте кислотно-основные свойства гидроксида никеля(II).

### **Опыт 3. Соли никеля(II)**

Приготовить около 10 мл концентрированного раствора соли никеля(II), используя любой кристаллогидрат. Из полученного раствора выделить нижеуказанные соли никеля.

#### *1. Сульфид никеля(II)*

К раствору соли никеля прилить раствор сульфида натрия. Повторите опыт, используя в качестве реагента гидросульфид аммония.

Исследуйте растворимость сульфида никеля в разбавленной и концентрированной соляной кислоте.

#### *2. Карбонаты никеля(II)*

Налить в две пробирки по 1 мл соли никеля и добавить в первую пробирку разбавленный раствор карбоната натрия, во вторую – концентрированный раствор гидрокарбоната натрия. Объяснить причину различного состава осадков, образующихся при действии средних и кислых солей карбонатов щелочных металлов.

#### *3. Ортофосфат никеля(II)*

Прилить к концентрированному раствору соли никеля раствор гидрофосфата натрия (аммония). Почему для получения средней соли ортофосфата никеля используется не ортофосфат натрия, а гидрофосфат натрия (аммония)? Какой осадок выпадает при действии ортофосфата натрия на соль никеля? Почему?

### **Опыт 4. Комплексные соединения Ni(II)**

#### *1. Аммиачные комплексы никеля(II)*

К концентрированному раствору соли никеля(II) прилить в избытке концентрированный раствор аммиака.

#### *2. Галогенидные комплексы никеля(II)*

Налить в две пробирки любой соли никеля(II) и прилить в первую пробирку избыток соли хлорида натрия (калия), во вторую пробирку – раствор иодида калия (натрия). Как изменяется окраска растворов?

#### *3. Гидразинные комплексы никеля(II)*

К концентрированному раствору соли никеля(II) прилить насыщенный раствор хлорида гидразиния. Отметить окраску раствора и написать уравнение реакции, учитывая, что координационное число никеля в комплексе равно четырем, число лигандов гидразина равно двум, во внутреннюю координационную сферу входит хлорид-ион.

#### *4. Диметилглиоксимат никеля*

К раствору любой соли никеля добавить небольшое количество раствора аммиака до слабого запаха, затем прилить спиртовой раствор диме-

тилглиоксима до образования осадка. Отметить, что данная реакция используется как качественная на катион никеля(II).

#### **Опыт 5. Метагидроксид никеля(III)**

Получить гидроксид никеля(II), действуя на раствор соли никеля(II) 20%-ным раствором щелочи. Осадок два раза промыть водой методом декантации. Затем прилить к нему бромную воду. Разделить полученное соединение на две пробирки. Испытать отношение полученного продукта к концентрированной соляной кислоте и к разбавленной серной кислоте.

### **ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ**

#### **Опыт 1. Получение соли Мора**

Для синтеза используйте эквимольные количества гептагидрата сульфата железа(II) и сульфата аммония. Растворите в минимальном количестве воды 20 г гептагидрата сульфата железа(II) и 9.5 г сульфата аммония. При наличии мути или осадка раствор отфильтровать. Затем раствор нагреть до 60-70°C, после чего перелить его в фарфоровую чашку и подкислить разбавленной серной кислотой. Во время охлаждения раствор рекомендуется перемешивать. Выпавший осадок высушить при 50-60°C. Взвесить соль и рассчитать выход в процентах.

#### **Опыт 2. Карбонат железа(II)**

Налить в стаканчик 10-20 мл дистиллированной воды и прокипятить для удаления растворенного кислорода. После этого в ней растворить 0.5 г свежеполученной соли Мора и добавить 0.3 г безводного карбоната натрия. Как изменяется цвет осадка при стоянии на воздухе?

#### **Опыт 3. Сульфат железа(III)**

В стаканчик налить 10 мл раствора сульфата железа(II), нагреть до 90°C и прилить 4 мл концентрированной азотной кислоты. Смесь прокипятить. Определить полноту окисления ионов железа(II) в ионы железа(III) с помощью гексацианоферрата(II) калия. Раствор подкислить серной кислотой и упарить до появления кристаллической пленки. Охладить раствор и отфильтровать выпавшие кристаллы сульфата железа(III). Высушить, взвесить и определить выход в процентах полученного продукта. Испытать отношение полученной соли к воде и щелочам на холоду и при нагревании.

#### **Опыт 4. Нитрат кобальта(II)**

К 2 г гидроксида кобальта(II) добавить небольшими порциями до полного растворения 30%-ный раствор азотной кислоты. К раствору добавить несколько капель 3%-ного раствора пероксида водорода (зачем?). Полученный раствор упарить и охладить. Выпавшие кристаллы отсосать и перенести в склянку с притертой пробкой. Сколько молекул воды содержит образовавшаяся соль? Каково ее отношение к воде?

### **Опыт 5. Карбонат кобальта(II)**

В нагретый раствор хлорида кобальта(II) тонкой струйкой влить 20%-ный раствор гидрокарбоната натрия до полного осаждения. Образовавшийся осадок отмыть декантацией горячей водой и высушить при 50°C.

### **Опыт 6. Ацетат кобальта(II)**

Взвесить 5 г карбоната кобальта(II), поместить в стаканчик и постепенно приливать концентрированную уксусную кислоту до полного растворения карбоната кобальта(II). Полученный раствор упарить и охладить. Выпавшие кристаллы отфильтровать. Какой цвет имеют полученные кристаллы и как ведут себя они по отношению к воде?

### **Опыт 7. Гексанитристокобальтат(III) натрия (*Работать под тягой!*)**

5 г гексагидрата хлорида кобальта(II) растворить в 5 мл воды. В другом стаканчике растворить 15 г нитрита натрия в 50 мл воды. Растворение вести при небольшом нагревании. Полученные растворы охладить и слить вместе. К полученной смеси прилить 5 мл 50%-ного раствора уксусной кислоты. Полученному раствору дать постоять в течение 15-20 минут и отфильтровать. Несколькими каплями полученного раствора подействовать на раствор соли калия.

### **Опыт 8. Хлорид карбонатотетраамминкобальта(III)**

К раствору, содержащему 4 г карбоната аммония в 20 мл воды, прилить 10 мл 25%-ного раствора аммиака и перенести полученный раствор в колбу Вюрца емкостью 100 мл. Второй раствор, содержащий 6 г гексагидрата нитрата кобальта(II) в 12 мл воды, прилить к первому раствору. Закрыть колбу Вюрца пробкой, снабженной трубкой, доходящей до дна, присоединить колбу к водоструйному насосу и пропускать воздух в течение часа. Для чего необходимо пропускать воздух? Перелить раствор в чашку, если нужно, профильтровать его и упарить на водяной бане, добавляя постепенно 2 г карбоната аммония до начала кристаллизации. Кристаллы отфильтровать на воронке Бюхнера, промыть ледяной водой и этиловым спиртом. Высушить соль на воздухе и взвесить.

### **Опыт 9. Хлорид гексаамминникеля(II)**

К 10 мл 25%-го раствора аммиака прибавить 5 г гептагидрата сульфата никеля(II). Тщательно размешать смесь и оставить стоять в течение часа. Затем смесь отфильтровать и прибавить к полученному прозрачному раствору 2.5 г хлорида аммония. Выпавший осадок комплексной соли отсосать на воронке Бюхнера и промыть вначале аммиачным раствором хлорида аммония, затем спиртом. Полученную комплексную соль высушить при 50°C. Что происходит с солью при растворении в воде при комнатной температуре и при нагревании?

## РАБОТА 11. МЕДЬ. СЕРЕБРО

### Медь и ее соединения

#### Опыт 1. Свойства металлической меди

##### 1. Отношение меди к разбавленным кислотам

В три пробирки поместить по кусочку меди и прибавить по 2 мл 1н. растворов кислот: в первую – соляной, во вторую – серной, в третью – азотной. Что наблюдается? Нагреть пробирки. Что происходит при этом?

##### 2. Отношение меди к концентрированным кислотам

Проделать аналогичный опыт с концентрированными кислотами: концентрированной соляной, 30%-ной и 60%-ной азотной кислотой, с концентрированной серной кислотой. Испытание проводить при комнатной температуре и при нагревании. С какими кислотами (какой концентрации) взаимодействует медь? Как это объяснить?

3. Отношение меди к кислороду в обычных условиях в присутствии других веществ

Прилить к порошкам меди, помещенным в три пробирки, разбавленной соляной кислоты, концентрированные растворы уксусной кислоты и аммиака. Что наблюдается? Затем энергично, с помощью стеклянной палочки перемешать каждый раствор. Что происходит?

### II. Соединения меди (I)

#### Опыт 2. Получение и свойства оксида меди(I)

Растворить 2.5 г медного купороса в 40 мл воды, в раствор внести 1.5 г глюкозы и 2.5 мл 20%-ного раствора гидроксида натрия. Смесь перемешать, прокипятить в течение 10 мин и оставить на 10 минут. Выделившийся красный осадок промыть декантацией, отфильтровать на воронке Бюхнера. Осадок просушить между листами фильтровальной бумаги.

##### 1. Реакции диспропорционирования

В две пробирки поместить небольшое количество оксида меди(I) и добавить в одну 2н. раствор серной кислоты, в другую – 2н. раствор азотной кислоты. Что наблюдается? Чем объясняется неустойчивость солей кислородных кислот меди(I) в водных растворах? Как получают соли кислородосодержащих кислот меди(I)?

##### 2. Восстановительные свойства меди(I)

К одной из пробирок, содержащей оксид меди(I), прилить 2 мл концентрированной серной кислоты, к другой - концентрированной азотной кислоты. Пробирки нагреть.

##### 3. Образование комплексных соединений

В отдельных пробирках подействовать на оксид меди(I) раствором концентрированной соляной кислоты, концентрированным раствором аммиака, раствором тиосульфата натрия.

#### **Опыт 4. Получение хлорида меди(I) и изучение его свойств**

В 20 мл воды растворить 5 г медного купороса и 2.5 г хлорида натрия. Затем к полученному раствору добавить 5 мл отфильтрованного 35%-ного раствора сульфита натрия. Нагреть раствор до светло-голубого окрашивания. Осадку дать отстояться в течение 10–15 минут, затем жидкость декантировать и осадок быстро отсосать на воронке Бюхнера. Промыть осадок на воронке 2%-ным раствором соляной кислоты до удаления сульфат-ионов (проба с хлоридом бария), а затем 2–3 раза спиртом. Просушить соль в фарфоровой чашке при 100°C под тягой при частом перемешивании (соль пылит!).

##### *1. Участие в реакциях комплексообразования*

Поместить небольшое количество хлорида меди(I) в три пробирки и подействовать на содержимое одной концентрированным раствором соляной кислоты, в другую пробирку добавить концентрированный раствор аммиака, в третью прилить раствор тиосульфата натрия.

##### *2. Восстановительные свойства меди(I)*

Небольшое количество хлорида меди(I) смочить водой и поместить на часовое стекло. Оставить влажную соль на воздухе на 20–30 минут. Подействовать на хлорид меди(I) концентрированной азотной кислотой.

### **III. Соединения меди (II)**

#### **Опыт 5. Синтез оксида меди(II) и изучение его свойств**

В отфильтрованный горячий (80–90°C) раствор, содержащий 3.4 г гидроксида натрия в 60 мл воды, влить горячий раствор из 10г медного купороса в 40 мл воды. Полученную смесь нагреть при температуре 90°C в течение 10–15 мин. Осадок быстро промыть 2 раза водой декантацией. Затем перенести его на бумажный фильтр и, дав жидкости стечь возможно полнее, смыть осадок водой в колбу. Промыть осадок водой методом декантации до удаления сульфат ионов (проба на хлорид бария). Полученный оксид меди отсосать на воронке Бюхнера и просушить при 200–300°C.

##### *1. Отношение оксида меди к кислотам*

Подействовать на оксид меди разбавленными и концентрированными растворами соляной, серной и азотной кислот. В случае отсутствия признаков реакции испытание провести при нагревании.

##### *2. Отношение оксида меди к растворам щелочей*

Испытать отношение оксида меди(II) к концентрированному раствору щелочи на холоду и при нагревании.

##### *3. Отношение оксида меди к раствору аммиака*

Подействовать на порошок оксида меди(II) концентрированным раствором аммиака. Что наблюдается?

### **Опыт 6. Получение и свойства гидроксида меди(II)**

К 10 мл раствора сульфата меди прибавить 10 мл раствора гидроксида натрия. Осадок промыть холодной водой декантацией до удаления сульфат-иона (проба на хлорид бария) и отфильтровать на воронке Бюхнера. Просушить гидроксид меди(II) на фильтровальной бумаге. Полученный гидроксид меди поместить в ряд пробирок и испытать его на отношение к нагреванию, действию концентрированных растворов щелочи и аммиака, разбавленным (2н.) растворами соляной и серной кислот.

### **Опыт 7. Комплексные соединения меди(II)**

1. К раствору сульфата меди в одной пробирке добавить кристаллы хлорида натрия, к другой – кристаллы бромида калия (натрия) до изменения окраски. Как объяснить происходящее? Напишите форму существования  $\text{Cu(II)}$  в водном растворе сульфата меди в отсутствие галогенидов натрия (калия) и возможную форму существования при добавлении этих солей. Затем по каплям приливать воду. Что наблюдается при значительном разбавлении раствора?

2. В две пробирки поместить 1–2 мл разбавленного раствора сульфата меди и добавлять в одну пробирку по каплям концентрированный раствор аммиака до растворения образовавшегося осадка, в другую – добавлять по каплям раствор этилендиамина. Сравнить окраски содержимого первой и второй пробирки. Написать формулы, отражающие состояние  $\text{Cu(II)}$  в растворе в обоих случаях.

3. К раствору сульфата меди прилить раствор нитрита натрия (калия). Описать изменение в окраске. Затем по каплям приливать воду. Что наблюдается при значительном разбавлении раствора?

#### *4. Образование феллинговой жидкости*

К 1 мл раствора соли меди добавить 1 мл 2н. раствора гидроксида натрия и затем прилить 1 мл тартрата калия-натрия (сегнетовой соли). Как изменяется окраска раствора? Чем это обусловлено? Феллинговая жидкость используется как восстановитель в органической химии для окисления соединений, содержащих альдегидную группу.

### **Опыт 8. Окислительные свойства соединений меди(II)**

1. К 1–2 мл раствора хлорида меди добавить раствор хлорида гидразиния. Смесь нагреть. Что происходит? Повторить опыт, используя в качестве восстановителя сульфит натрия.

2. К 1–2 мл раствора сульфата меди прилить раствор иодида калия. Отметить цвет выпадающего осадка. Отобрать несколько капель раствора на часовое стекло и добавить раствор крахмала. Что наблюдается? К раствору в пробирке добавить избыток тиосульфата натрия.

### **Опыт 9. Качественные реакции на катион $\text{Cu}^{2+}$**

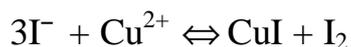
1. К 1 мл раствора соли меди(II) добавить несколько капель раствора гексацианоферрата(II) (желтой кровяной соли).

2. Добавить к раствору соли меди несколько капель роданида аммония (калия). Указать окраску первоначально выпавшего осадка. Как изменится его цвет через некоторое время?

### Опыт 10. Иодометрическое определение меди(II)

На реакции взаимодействия меди(II) с иодидом калия и титровании выделившегося иода тиосульфатом основан один из методов титрометрического анализа меди(II) – иодометрический.

Данный метод определения меди - один из наиболее точных методов. Реакция окисления меди иодидом калия, лежащая в основе метода, обратима:



В соответствии с величинами окислительно-восстановительных потенциалов:  $E^\circ(\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+) = 0.15 \text{ В}$  и  $E^\circ(\text{I}_2/2\text{I}^-) = 0.54 \text{ В}$  – равновесие реакции должно быть сдвинуто влево. Для протекания этой реакции в прямом направлении можно создать условия, увеличивающие окислительный потенциал системы  $\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+$ . Этому условию способствует образование малорастворимого соединения  $\text{CuI}$ , что повышает потенциал пары до 0,82 В. Но еще большее повышение этого потенциала достигается введением роданид-иона, образующего менее растворимую соль, чем иодид-ион ( $\text{PP}_{\text{CuI}} = 1 \cdot 10^{-12}$ ;  $\text{PP}_{\text{CuNCS}} = 1 \cdot 10^{-15}$ ). Таким образом, равновесие реакции:



будет сильно смещено вправо. Для подавления гидролиза солей меди в раствор вводят серную кислоту.

#### *Ход анализа*

В колбу для титрования отобрать пипеткой 2 мл исследуемого раствора. Подкислить его 4–5 мл 2н. серной кислоты и прибавить по 10 мл 10%-го раствора иодида калия и 10%-го раствора роданида калия. Выделившийся иод оттитровать 0.01 н. раствором тиосульфата натрия, не обращая внимания на образующийся осадок роданида меди(I). В конце титрования, когда раствор со взмученным в нем осадком принимает соломенно-желтую окраску, прибавить 3–5 мл раствора крахмала и дотитровать до исчезновения синей окраски раствора. При достижении точки эквивалентности раствор не становится прозрачным из-за содержания осадка роданида меди(I) в растворе, имеющего цвет слоновой кости. Расчет концентрации меди(II) проводится по формуле:

$$C_{\text{N}}(\text{Cu}^{2+}) = [C_{\text{N}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)] / V(\text{Cu}^{2+}),$$

где  $C_{\text{N}}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  и  $C_{\text{N}}(\text{Cu}^{2+})$  – нормальные концентрации, соответственно раствора тиосульфата и исследуемого раствора;  $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  – объем раствора, пошедшего на титрование;  $V(\text{Cu}^{2+})$  – объем исследуемого раствора соли меди(II), отобранный пипеткой для анализа. Чтобы получить точный результат, необходимо проводить три параллельных анализа. Различие в объеме тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, не должно превышать 0.1 мл. Результаты занести в таблицу.

### Определение нормальной концентрации растворов солей меди (II)

№	$V(\text{Cu}^{2+})$	$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$	$C_N(\text{Cu}^{2+})$	$C_N(\text{Cu}^{2+})_{\text{cp}}=(C_{N1}+C_{N2}+C_{N3})/3$
1				
2				
3				

## СЕРЕБРО

### Опыт 1. Получение оксида серебра и его свойства

В пробирку внести 0.5 мл раствора нитрата серебра и прибавить избыток раствора гидроксида натрия или калия. Каков состав осадка? Почему образуется это соединение?

Слейте осторожно раствор с осадка и испытайте отношение оксида серебра к концентрированному раствору аммиака, добавляя минимальное количество этого раствора. Сохраните полученный раствор для опыта 3.

### Опыт 2. Малорастворимые и комплексные соединения серебра(I)

1. В три пробирки налить по 1 мл раствора нитрата серебра и прилить равные объемы растворов хлорида калия, бромиды калия и иодида калия. Что наблюдается? Отметить цвет осадков. Слить с осадков растворы и с помощью стеклянной палочки поместить небольшое количество каждого осадка на часовое стекло. Что происходит с галогенидами на свету? Наблюдается ли какое-либо различие в их поведении? Почему?

Оставшуюся часть осадка используйте для изучения отношения галогенидов серебра к концентрированному раствору аммиака и раствору тиосульфата натрия.

Какие из галогенидов серебра растворяются в растворе аммиака? Какие галогениды можно растворить с помощью раствора тиосульфата натрия? За счет каких процессов происходит растворение галогенидов серебра в растворах указанных реагентов?

Как изменяется растворимость галогенидов серебра с увеличением порядкового номера галогенов?

2. К 1 мл раствора нитрата серебра добавить раствор сульфида натрия. Что наблюдается? Испытайте отношение сульфида серебра к раствору аммиака и тиосульфата натрия.

3. К раствору нитрата серебра добавить немного раствора хромата калия. Каков цвет образовавшегося осадка? Почему его цвет отличается от обычного цвета хромата-иона? Испытайте отношение полученного хромата серебра к растворам аммиака, тиосульфата натрия, азотной кислоты.

Используя результаты проделанных опытов, сравните растворимость сульфида серебра, галогенидов серебра, хромата серебра. Подтвердите свои заключения, выписав из справочника значения произведения растворимости рассмотренных соединений.

### **Опыт 3. Окислительные свойства соединений серебра(I)**

1. Внести в пробирку 2–3 капли раствора хлорида олова(II), добавить по каплям 2н. раствор гидроксида натрия до растворения выпавшего осадка гидроксида олова(II). К полученному раствору прибавить несколько капель нитрата серебра. Что происходит?

2. В чистую пробирку, промытую хромовой смесью и дистиллированной водой, налить несколько капель аммиачного раствора нитрата серебра, а затем несколько капель разбавленного раствора формальдегида. Поместить пробирку в стакан с теплой водой.

3. Положить на часовое стекло кусочек фильтровальной бумаги и нанести на нее вначале каплю раствора соли марганца(II), затем каплю аммиачного раствора нитрата серебра. Что наблюдается?

4. Нанести на фильтровальную бумагу 1–2 капли раствора хлорида олова(II) и добавить 1–2 капли аммиачного раствора нитрата серебра. Что происходит? Аналогично изучите взаимодействие между сульфатом железа(II) и аммиачным раствором нитрата серебра.

5. К 1–2 каплям раствора нитрата серебра добавить несколько капель пероксида водорода. Что наблюдается?

## **ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ**

### **Опыт 1. Получение металлической меди**

В фарфоровую чашку налить 50 мл холодного насыщенного раствора сульфата меди, затем внести порциями 5 г цинковой пыли. Затем раствор нагреть на водяной бане до 80°C и последующие порции цинка (2.5 г) вносить в горячий раствор. Получившийся чрезвычайно раздробленный порошок меди оседает на дно в виде тяжелого темно-красного осадка. Жидкость над осадком слить и осадок тщательно промыть водой декантацией. Затем к осадку для удаления следов цинка прибавить при перемешивании 10%-ный раствор соляной кислоты до прекращения вскипания раствора. Осадок снова промыть декантацией, отсосать на воронке Бюхнера и промыть на воронке до нейтральной реакции промывных вод.

### **Опыт 2. Получение серебра**

#### *1. Получение металлического серебра*

Налить в две пробирки по 1 мл раствора нитрата серебра. В одну пробирку бросить кусочек меди, в другую прилить концентрированный раствор аммиака до растворения осадка, затем раствор формиата аммония и нагреть. Что наблюдается через некоторое время?

#### *2. Получение коллоидного серебра*

Приготовить три раствора нитрата серебра с различной концентрацией. Для этого поместить в пробирку одну каплю 1%-го раствора нитрата серебра, заполнить ее доверху водой и перемешать палочкой. Второй, бо-

лее разбавленный раствор приготовить из первого, отобрав 1 мл его и, разбавив водой, снова перемешать. Аналогично приготовить третий, самый разбавленный раствор. Прилить в каждую пробирку по 1-2 капли таннина, проявляющего восстановительные свойства, затем по капле разбавленного раствора карбоната натрия. Перемешать. Наблюдать изменение окраски растворов в зависимости от концентрации нитрата серебра.

### **Опыт 3. Серебрение стекла**

Серебрение стекла основано на реакции восстановления соединений серебра органическими восстановителями.

Сосуд, который подлежит серебрению, необходимо тщательно отмыть последовательно горячей водой, хромовой смесью, водопроводной водой, дистиллированной водой и спиртом.

Приготовить аммиачный раствор соли серебра. Для этого растворить 0.3 г нитрата серебра в 5 мл воды. К полученному раствору по каплям прибавить концентрированный раствор аммиака до растворения первоначально выпавшего осадка, затем добавить 5 мл 3%-го раствора гидроксида натрия, потом – снова водный раствора аммиака до удаления мути и получения бесцветного раствора. Раствор перелить в мерный цилиндр и добавить воды до объема 30 мл.

Приготовить раствор глюкозы: растворить 1.3 г глюкозы в 25 мл воды, прилить 1 каплю концентрированной азотной кислоты и затем прокипятить смесь в течение 2-х мин. Полученный раствор охладить и прибавить к нему равный объем спирта.

## **РАБОТА 12. ЦИНК. КАДМИЙ. РТУТЬ**

**Ртуть и ее соединения чрезвычайно ядовиты, поэтому при работе с ними следует быть очень осторожными и соблюдать следующие правила:**

1. *Всю посуду, которая содержит металлическую ртуть, нужно ставить на поддоны с высокими бортами.*

2. *Ртутные остатки сливать не в раковину, а в предназначенную для этого склянку.*

3. *Все опыты с металлической ртутью проводить под тягой.*

4. *Все соединения ртути обладают заметной летучестью (даже в растворах!), поэтому работать с ними также нужно только в вытяжном шкафу.*

5. *В случае разлива металлической ртути необходимо тщательно собрать ее шарики с помощью бумаги. Затем нейтрализовать возможные остатки ртути, обработав место разлива насыщенным раствором хлорида железа(III). (Какая реакция лежит в основе нейтрализации ртути?)*

6. После окончания работы с соединениями ртути нужно тщательно вымыть руки с мылом.

### **Опыт 1. Сравнение химической активности Zn, Cd и Hg**

1. Испытать отношение цинка и кадмия к разбавленным растворам и концентрированным растворам соляной, серной и азотной кислот. Для этого поместить в пробирку 1–2 гранулы металла и прилить 1–2 мл соответствующего раствора. Что наблюдается? Повторить те же исследования при нагревании.

2. В две пробирки положить кусочки цинка и кадмия, добавить 1–2 мл 2н. раствора гидроксида натрия и слегка нагреть.

3. В шесть пробирок поместить по капле металлической ртути и налить по 1 мл разбавленных и концентрированных кислот: соляной, серной, азотной. Что происходит при обычной температуре и при нагревании?

Как изменяется химическая активность металлов в ряду Zn–Cd–Hg? Дать аргументированный ответ с привлечением экспериментальных данных, отмечая возможность протекания тех или иных процессов и состав продуктов восстановления. Сопоставить обнаруженный экспериментально ряд активности металлов с их положением в ряду напряжения металлов.

### **Опыт 2. Оксиды цинка(II), кадмия(II) и ртути(II)**

#### **1. Синтез желтой модификации оксида ртути(II)**

Налить в пробирку 1 мл раствора нитрата ртути(II) и прибавить 1н. раствор гидроксида натрия до полного осаждения оксида ртути(II). Объяснить, почему при действии на соль ртути(II) раствором щелочи образуется не гидроксид, а ее оксид. Сохранить получившийся оксид для последующих опытов.

#### **2. Свойства оксидов**

##### **а) Кислотно-основные свойства оксидов**

Изучите отношение оксидов цинка(II), кадмия(II) и ртути(II) к воде, разбавленной азотной кислоте, концентрированному раствору щелочи. Сделайте вывод о кислотно-основных свойствах оксидов.

##### **б) Отношение оксида ртути(II) к раствору аммиака**

Добавить к оксиду ртути(II) концентрированный раствор аммиака. Тщательно перемешать смесь. Как изменился внешний вид осадка? Каково тривиальное название этого соединения? Слегка нагреть полученный осадок. Как изменяется его окраска? Изобразить графическую формулу получившегося соединения.

##### **в) Сравнение термической устойчивости оксидов (Тяга!)**

В три пробирки поместить небольшое количество оксидов цинка, кадмия и ртути. Пробирку с оксидом ртути закрыть стеклянной ватой (после окончания опыта ватку удалить пинцетом и поместить в банку с отходами ртути). Нагреть пробирки в пламени спиртовки. Что наблюдается в каждом случае? Объяснить результаты опыта с позиции теории поляри-

зации. Подтвердить результаты эксперимента данными о температурах начала разложения этих оксидов.

### **Опыт 3. Получение и свойства гидроксидов цинка и кадмия**

Получить гидроксиды кадмия и цинка, приливая постепенно раствор щелочи к растворам солей до образования осадков. Испытать образовавшиеся осадки к действию растворов кислот, щелочей и аммиака. Что наблюдается? Сравните кислотно-основные свойства этих гидроксидов. Как объяснить это различие?

### **Опыт 4. Свойства солей цинка, кадмия и ртути(II)**

#### *1. Взаимодействие с карбонатами щелочных металлов*

Налить в три пробирки по 1 мл растворов нитратов цинка, кадмия и ртути и добавить в каждую равный объем карбоната натрия. Детально опишите признаки химических реакций. Имеются ли отличительные особенности взаимодействия нитрата ртути с раствором карбоната натрия? Наблюдается ли это в опыте? Какие соединения образуются в каждом случае?

#### *2. Получение сульфидов и изучение их свойств*

а) В три пробирки налить по 2 мл растворов солей цинка, кадмия, ртути(II) и прилить по 1–2 мл раствора сульфида натрия (аммония). Описать цвета образовавшихся осадков. Осторожно слить растворы с осадков и использовать полученные соединения для последующих опытов.

б) Поместив каждый из полученных оксидов в три пробирки, исследуйте их отношение к 1н. раствору соляной кислоты, к концентрированному раствору гидроксида натрия, насыщенному раствору сульфида натрия. Как изменяется растворимость сульфидов этих металлов в ряду  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ ? Подтвердите Ваше заключение данными о ПР этих солей. Как можно объяснить наблюдаемую тенденцию в изменении растворимости с позиции теории поляризации? Как можно объяснить различное отношение данных сульфидов к избытку сульфида натрия?

#### *3. Получение фосфатов и изучение их свойств*

Подействовать на растворы солей цинка, кадмия, ртути раствором гидрофосфата натрия. Почему состав осадков отличается?

Испытать отношение полученных осадков к растворам соляной кислоты, гидроксида натрия, раствору аммиака.

#### *4. Получение малорастворимых солей ртути(II)*

В четыре пробирки налить по 1 мл раствора нитрата ртути(II) и добавлять по каплям до образования осадков растворы хлорида натрия, бромиды натрия, иодида калия, роданида натрия (аммония). Как окрашены полученные соли?

### **Опыт 5. Комплексные соединения цинка, кадмия, ртути(II)**

#### *1. Комплексные соединения цинка и кадмия*

Поместить в две пробирки по 1 мл растворов соли цинка и добавить немного 2М раствора аммиака до выпадения осадков. Добавить избыток концентрированного раствора аммиака. Что наблюдается?

## 2. Комплексные соединения ртути(II)

К раствору нитрата ртути(II) в четырех пробирках добавлять по каплям насыщенные растворы хлорида натрия (калия), бромида калия (натрия), иодида калия, роданида калия (аммония). Что происходит при добавлении недостатка и избытка реактива? Описать окраски осадков и растворов.

### Опыт 6. Взаимодействие солей ртути с растворами аммиака

1. Налить в пробирку 1 мл раствора нитрата ртути(II) и добавить 1 мл 2 М раствора аммиака. Провести аналогичную реакцию с участием хлорида ртути. Каково тривиальное название образовавшегося осадка? Опишите практическое применение данного соединения.

2. К 1 мл раствора нитрата ртути(II) прилить 1 мл насыщенного раствора хлорида аммония, а затем 1 мл концентрированного водного раствора аммиака. Какую роль выполняет хлорид аммония?

### Опыт 7. Окислительные свойства соединений ртути(II)

Налить в четыре пробирки по 1 мл раствора нитрата ртути(II) и добавить по 1 мл растворов восстановителей: концентрированного раствора свежеприготовленного хлорида олова(II), сульфита натрия, гипофосфита натрия, сульфата железа(II). Что наблюдается? Опишите происходящее через 3–4 минуты.

### Опыт 8. Синтез реактива Несслера

К 1 мл раствора нитрата ртути(II) прилить в избытке раствор иодида калия до растворения выпавшего вначале осадка иодида ртути(II). К полученному раствору добавить 2–3 мл концентрированного раствора щелочи. Налить в пробирку 1 мл полученного реактива и добавить одну каплю раствора аммиака.

### Опыт 9. Исследование свойств соединений ртути(I)

#### 1. Диспропорционирование соединений ртути(I)

В пять пробирок поместить по 1 мл раствора нитрата ртути(I) и добавить растворы: а) иодида калия; б) роданида калия; в) гидроксида калия; г) аммиака; д) сульфида натрия. Внимательно наблюдать за ходом процесса в каждой пробирке. Какова причина характерности реакции диспропорционирования для соединений ртути(I)? Какие соединения ртути(I) наиболее устойчивы с учетом указанной причины?

#### 2. Окислительные свойства соединений ртути(I)

К 1 мл раствора нитрата ртути(I) прибавить 1–2 мл концентрированного раствора хлорида олова(II). Наблюдать за течением реакции 3–5 минут.

#### 3. Восстановительные свойства соединений ртути(I)

(Тяга!) Поместить в пробирку 3 мл раствора нитрата ртути(I) и прибавить 1 мл концентрированной азотной кислоты. Кипятить раствор в течение 2 минут. Затем охладить и отлить в чистую пробирку 1 мл полученного раствора. Прилить 1 мл насыщенного раствора хлорида натрия. Опи-

шите происходящее. В другую пробирку поместить 1 мл раствора нитрата ртути(I) и также прибавить 1 мл насыщенного раствора хлорида натрия. Как отличается поведение растворов нитрата ртути(I), обработанного и не обработанного концентрированной азотной кислотой, по отношению к хлориду натрия? Почему?

## ГРУППОВЫЕ ОПЫТЫ

### Опыт 1. Сравнительная активность ртути и серебра

Налить в узкий цилиндр объемом 5 мл 5М раствора нитрата серебра и затем добавить несколько капель ртути. Наблюдать рост "серебряного деревца" со скоростью 1 мм/сек.

После завершения опыта осторожно, с помощью стеклянной палочки извлечь выделившееся серебро и сдать лаборанту. Раствор нитрата серебра слить в склянку, предназначенную для сбора серебряных отходов.

Что можно сказать о сравнительной активности ртути и серебра в водных растворах? Выписать из справочника значения стандартных электродных потенциалов серебра и ртути. Наблюдается ли соответствие между этими величинами и результатами эксперимента?

### Опыт 2. Получение сплавов металлов с ртутью (амальгам) и изучение их свойств (*Синтез проводить в вытяжном шкафу!*)

#### 1. Амальгама натрия

Небольшой кусочек натрия поместить на фильтровальную бумагу, с помощью скальпеля обрезать со всех сторон и обтереть фильтровальной бумагой. В фарфоровый тигель налить 2-3 капли **сухой** ртути и положить подготовленный кусочек натрия. Прижать кусочек натрия дном сухой пробирки. Что наблюдается? Прилить в тигель 1-2мл дистиллированной воды. Что происходит?

#### 2. Амальгама цинка

#### Опыт проводить на поддоне!

Поместить в фарфоровую чашку 3 гранулы цинка, прилить 3-4 мл 2%-ного раствора нитрата ртути(II), подкислить 0.3 мл концентрированной азотной кислоты. Перемешивать смесь в течение 10 мин, затем слить раствор и промыть цинк водой методом декантации до прозрачности промывных вод. Хранить амальгамированный цинк в банке под водой. Укажите область применения амальгамированного цинка, приведите примеры уравнений соответствующих реакций.

### Опыт 3. Синтез иодида кадмия

*Способ 1.* 5 г металлического кадмия в гранулах или в порошке и навеску иода, взятую с 20%-м недостатком, поместить в круглодонную колбу, залить 50 мл дистиллированной воды. Полученную смесь кипятить в течение 1-2 часов с обратным холодильником до обесцвечивания раствора.

Затем раствор отфильтровать и упарить на водяной бане до образования значительного количества осадка. После охлаждения кристаллы отсосать на воронке Бюхнера и высушить в эксикаторе над серной кислотой и рассмотреть через микроскоп.

*Способ 2.* Водный раствор, содержащий 7.5г  $\text{CdSO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$  и 10г  $\text{KI}$ , выпарить досуха. Осадок экстрагировать 10мл теплого абсолютного спирта. Раствор охладить. Наблюдать кристаллизацию безводного иодида кадмия. Кристаллы посушить в эксикаторе над серной кислотой.

#### **Опыт 4. Синтез желтой модификации оксида ртути(II)**

*(Синтез проводить в вытяжном шкафу!)*

Работу следует проводить при искусственном освещении. В суспензию 5 г хлорида ртути(II) в 80 мл воды прилить при перемешивании раствор 2.5 г гидроксида натрия в 15 мл воды. Смесь тщательно перемешать и после отстаивания в течение 15–20 минут жидкость слить, а осадок промыть декантацией водой (брать порции по 75 мл) до отрицательной реакции промывных вод на хлорид-ион (проба на нитрат серебра). Затем осадок отсосать на воронке Бюхнера. Массу высушить на пергаментной бумаге при 45–50°C, растереть стеклянной пробкой.

#### **Опыт 5. Синтез красной модификации сульфида ртути(II)**

Прилить 20 мл концентрированного раствора  $\text{HgCl}_2$  (сулемы) к 12 мл смеси, состоящей из 4 мл концентрированного раствора аммиака и 8 мл воды. Полученный осадок обработать концентрированным раствором тиосульфата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , взятым с незначительным избытком для полного растворения осадка. Полученный раствор нагреть в выпарительной чашке на водяной бане и затем упарить до консистенции каши. Осадок отфильтровать и промыть горячей водой.

#### **Опыт 6. Синтез и горение роданида ртути(II) на воздухе (“Фараоновы змеи”)**

К концентрированному раствору нитрата ртути(II) прибавить 10%-й раствор роданида калия (аммония). Выпавший белый осадок отфильтровать на воронке Бюхнера. Из влажного осадка приготовить небольшие колбаски и просушить их в сушильном шкафу при температуре 50–60°C в течение 1–2 часов. Колбаски роданида ртути(II) положить на асбестовую сетку и поджечь с помощью лучинки.

Учебное издание

**Бахметьева Любовь Михайловна, Пушкин Денис Валериевич,  
Шилова Мария Юрьевна, Сережкина Лариса Борисовна**

**НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ.  
МЕТАЛЛЫ**

*Практикум*

Публикуется в авторской редакции  
Титульное редактирование *Л. А. Кнохиновой*  
Компьютерная верстка, макет *Т. В. Кондратьевой*

Подписано в печать 10.11.15. Формат 60x84/16. Бумага офсетная. Печать оперативная.

Усл.-печ. л. 3,5; уч.-изд. л. 3,75. Гарнитура Times.

Тираж 100 экз. Заказ № 2689.

Издательство «Самарский университет», 443011, г. Самара, ул. Акад. Павлова, 1.

Тел. 8 (846) 334-54-23.

Отпечатано на УОП СамГУ.