

Министерство образования Республики Беларусь

*Учреждение образования*

«Белорусский государственный педагогический университет  
имени Максима Танка»

**СИНТЕЗЫ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ**

*Лабораторный практикум*

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ

**Минск 2009**

## Оборудование и основные операции, используемые для проведения синтеза и разделения веществ

### 2.1. Общие замечания

По назначению и способам использования химическая посуда условно делится на несколько категорий, которые дальше мы будем обозначать буквенными сокращениями. **Толстостенную (Т)** и **мерную (М)** посуду *нельзя* нагревать ни на открытом огне, ни на закрытом источнике тепла (электроплитке, водяной бане, в микроволновой печи) или использовать для нагревания в ней чего бы то ни было. Кроме того, в такой посуде не проводят химические реакции. Единственный допустимый способ нагрева для этих двух видов посуды – помещение в неразогретый сушильный шкаф и постепенное повышение температуры до 100°C. На то есть свои причины: толстостенная посуда может лопнуть при быстром нагреве из-за неравномерного теплового расширения, а у мерной посуды быстрый нагрев может вызвать деформацию и изменение объема, после чего использовать ее для измерения будет нельзя. **Тонкостенную (Тк)** посуду нагревать можно (*в том случае, если она одновременно не является мерной!*), однако способ нагревания зависит от формы дна и материала, из которого изготовлена посуда. Обычно действует простое правило: **тонкостенную круглодонную (Тк, К)** посуду можно нагревать как на открытом огне, так и на закрытом источнике тепла, а **тонкостенную плоскодонную (Тк, П)** – только на закрытом.

Работая при пониженном давлении, следует помнить, что для таких работ нужно использовать либо **толстостенную** (фильтры Шотта, воронки Бюхнера, колбы Бунзена), либо **круглодонную** (круглодонные колбы, колбы Вюрца) химическую посуду, так как тонкостенную плоскодонную колбу, внутри которой создано значительное разрежение, может раздавить атмосферным давлением.

## 2.2. Глоссарий химической посуды и оборудования

Здесь описываются в основном те виды посуды, которые используются при синтезе неорганических веществ и сопутствующих операциях. Не обсуждаются некоторые разновидности лабораторного оборудования и посуды, знакомые студентам по школьному курсу химии и курсу общей химии (1 семестр).

### 2.2.1. Посуда для измерения объемов

(См. иллюстрации на рис. 2.1)

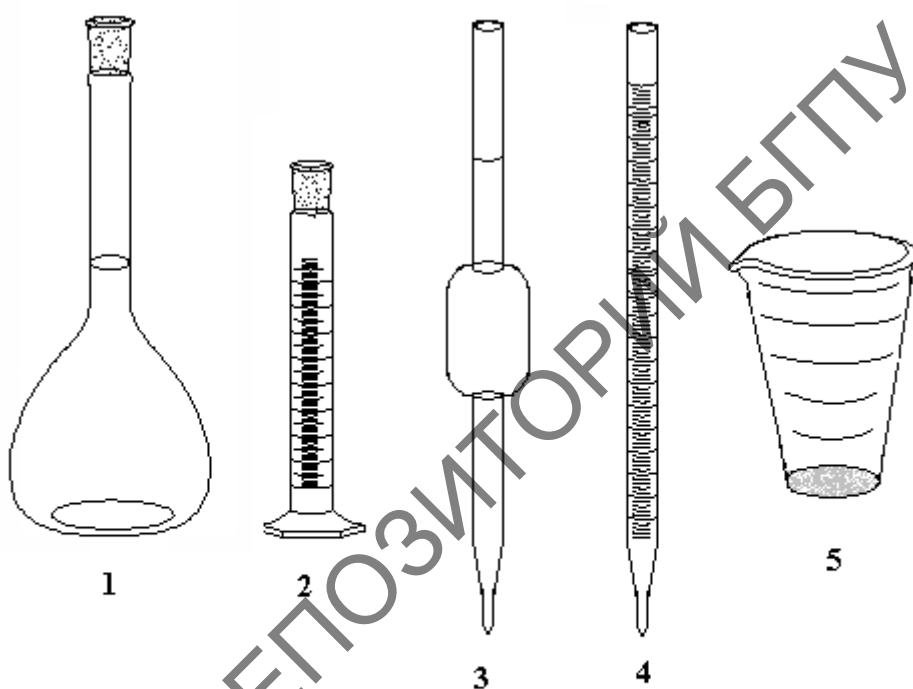


Рис. 2.1. Мерная посуда:

1 - мерная колба, 2 - мерный цилиндр, 3 - пипетка Мора,

4 - пипетка градуированная, 5 - мензурка.

**Мерная колба** (М, Тк, П) служит для приготовления растворов точной концентрации и представляет собой плоскодонную колбу с длинным и узким горлом, на котором нанесена тонкая черта – граница, до которой надо наливать жидкость (напомним, что отсчет ведется по *нижнему* краю поверхности жидкости). Цифры на колбе показывают объем жидкости, на который она рассчитана (выпускаются колбы объемом от 25 до 2000 см<sup>3</sup>).

Мерные колбы являются одним из самых точных видов мерной посуды, пригодным для аналитических работ.

**Пипетка (М)** служит для точного отбора объемов жидкости. Бывают они двух типов – пипетки Мора и градуированные. Пипетки Мора представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посередине и указанием объема пипетки. Нижний конец пипетки («носик») слегка оттянут и имеет внутренний диаметр 1 мм. На верхнем конце пипетки, выше расширения, имеется метка. Жидкость набирают до уровня несколько выше метки, используя для этого резиновую грушу. Затем, закрыв верхнее отверстие пипетки *указательным* пальцем, доводят уровень жидкости до метки, после чего переносят в другой сосуд и дают раствору вытечь, прижимая носик к стенке (но *не выдувая* из него остаток жидкости!). С помощью градуированных пипеток можно отбирать различные объемы жидкости. Шкала на таких пипетках может либо идти до самого конца (пипетки «на вытекание»), либо заканчиваться несколько выше носика. Работая с градуированной пипеткой, нужно обращать внимание на то, к какому из этих двух видов она принадлежит, иначе грубые ошибки при отмеривании неизбежны!

**Мерные цилиндры (М, Т/Тк, П)** представляют собой тонко- или толстостенные стеклянные сосуды, которые для большей устойчивости имеют широкое основание (дно) или устанавливаются в пластмассовую подставку. Снаружи на стенки цилиндров нанесены деления, указывающие объем (в см<sup>3</sup>). Мерные цилиндры имеют меньшую точность, чем мерные колбы, и их предпочтительно использовать там, где особая точность не требуется – например, при отмеривании нужного объема реагента или растворителя для синтеза.

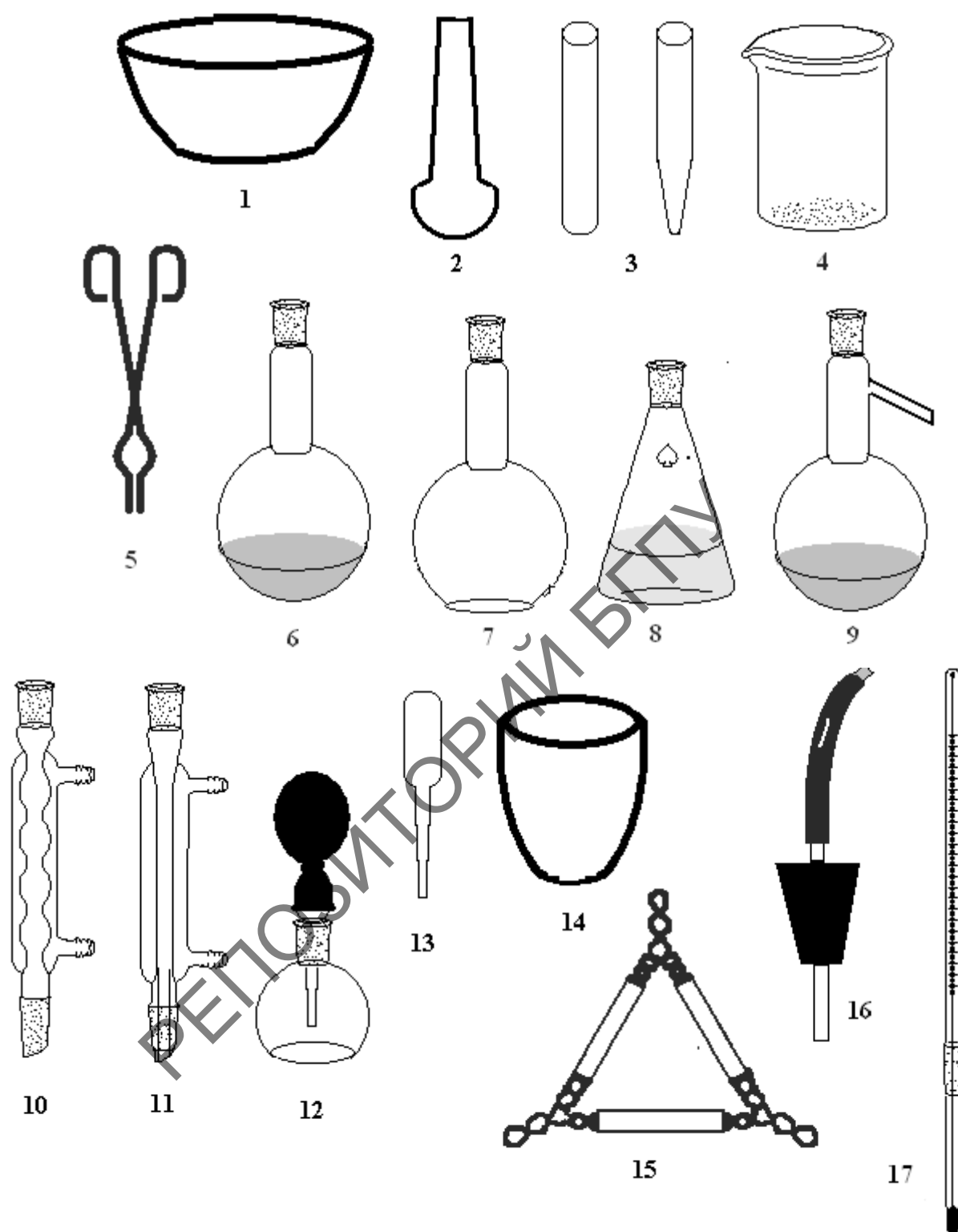
**Мензурки (Т, П)** представляют собой сосуды конической формы с делениями на стенке. Точность измерения объема с помощью мензурок очень низка и, строго говоря, их нельзя относить к мерной посуде в полном смысле этого слова.

### 2.2.2. Посуда и оборудование для подготовки веществ к синтезу и проведения химических реакций

(См. иллюстрации на рис. 2.2)

**Фарфоровая ступка с пестиком** (Т, П) применяется для измельчения твердых веществ. Перед работой ступка должна быть тщательно вымыта и высушена. Вещество насыпают не более чем на 1/3 ее объема, измельчение проводят круговыми движениями, плотно прижимая пестик к стенкам ступки, при этом последнюю ставят на стол, а не держат в руках. *Растирать в одной ступке вещества, способные бурно реагировать друг с другом (например, окислитель и восстановитель) ни в коем случае нельзя!*

**Пробирка** (Тк, К) используется при проведении опытов с небольшим количеством реактивов. В этом практикуме пробирки применяются в основном для качественных реакций при испытании свойств вещества. Суммарный объем добавленных в пробирку реактивов не должен превышать четверти объема пробирки. Кроме того, существуют калиброванные (мерные) пробирки, по назначению практически ничем не отличающиеся от мерных цилиндров.



**Рис. 2.2 Посуда и оборудование для подготовки веществ к синтезу и проведения химических реакций**

**1 – фарфоровая ступка, 2 - пестик, 3 – пробирки, 4 – химический стакан, 5 – тигельные щипцы, 6 – круглодонная колба, 7 – плоскодонная колба, 8 – коническая колба, 9 – колба Вюрца, 10 – обратный холодильник, 11 – холодильник Либиха (прямой), 12 – капельница, 13 – пипетка Пастера, 14 – тигель, 15 – фарфоровый треугольник, 16 -клапан Бунзена, 17 - термометр**

**Химический стакан** (Тк, П) может иметь различные размеры. Стаканы бывают с носиком и без, простые и калиброванные. Они используются обычно для приготовления растворов с заданной массовой долей растворенного вещества (когда большая точность не требуется) либо для химических реакций, допускающих проведение в открытом сосуде. Несмотря на то, что на химических стаканах иногда наносят деления, указывающие объем жидкости, такие стаканы не относятся к мерной посуде ввиду низкой точности.

**Круглодонная колба** (Тк, К) – наиболее универсальный сосуд для проведения химических реакций, обычно применяющийся в тех случаях, когда требуется продолжительное нагревание реакционной смеси. Часто используется в сочетании с обратным холодильником. При кипячении жидкости в колбу обязательно нужно добавлять «центры кипения», или «кипелки» – 2-3 кусочка пористой керамики или фарфора, чтобы кипение было равномерным и без толчков.

**Плоскодонная и коническая колба, или колба Эрленмейера** (Тк, П) применяются для проведения в них химических реакций, как правило, при комнатной температуре или при небольшом нагревании. Они более удобны, чем химические стаканы, в тех случаях, когда требуется предотвратить или ограничить контакт с атмосферой.

**Колба Вюрца** (Тк, К) – круглодонная колба с отводной трубкой под углом 60-80°. Ее используют для получения газов или для отгонки жидкостей при атмосферном давлении. Вместо нее для тех же целей можно применять обычную круглодонную колбу в сочетании с насадкой Вюрца.

**Обратный холодильник** (Тк) – полая стеклянная трубка с двойными стенками и отверстиями ввода и вывода для пропускания проточной воды в пространстве между стенками («водяную рубашку») и отвода. Отличается от **холодильника Либиха** тем, что внутренняя поверхность у него имеет сферические расширения или сделана в виде змеевика. Он используется в сочетании с круглодонной колбой, когда необходимо провести реакцию при

температуре кипения реакционной смеси, но без отгонки жидкости. При работе обратный холодильник заполняется проточной водой, для чего к входу и выходу подсоединяют резиновые шланги, входной шланг подключают к водопроводному крану, а выходной опускают в сливную раковину. *Плотно закрывать верхнее отверстие обратного холодильника при нагревании нельзя, иначе в системе повысится давление и произойдет взрыв!*

**Капельница** (Тк) используется для введения реактивов (обычно индикаторов или концентрированных кислот) небольшими порциями по каплям. Для той же цели может применяться **пипетка Пастера** – эластичная емкость из полипропилена, позволяющая отобрать небольшое количество жидкого реактива и по каплям добавить его к веществу или раствору.

**Фарфоровый тигель** (Тк, П) используется для прокаливания веществ при высоких температурах (вплоть до 800–1000°C) на открытом пламени, в сушильном шкафу или в муфельной печи. Это единственный вид плоскодонной посуды, допускающий сильное нагревание.

**Тигельные щипцы** необходимы для работы с тиглями и другой фарфоровой посудой, нагретой до высокой температуры. *Использовать щипцы для взятия стеклянной посуды ни в коем случае нельзя, так как это может привести к ее поломке!*

**Термометр** – прибор, предназначенный для измерения температуры. В неорганическом синтезе термометром можно измерять либо температуру самой реакционной смеси, либо окружающей ее системы (например, водяной бани). И в том, и в другом случае термометр следует закреплять в лапке штатива, предварительно обернув его резиной (*лапку сильно не зажимать!*). Если в системе осуществляется перемешивание при помощи механической мешалки, то перед ее включением необходимо убедиться, что ротор мешалки не задевает при вращении термометр. *Нельзя перемешивать реакционную смесь термометром, поскольку он может разбиться!*



**Фарфоровый треугольник** применяется как подставка для тигля при его нагревании на открытом пламени.

### 2.2.3. Посуда для выделения и очистки веществ

(См. иллюстрации на рис. 2.3)

**Химические воронки** (Тк) служат для фильтрования и переливания жидкостей. Для проведения фильтрования в воронку помещают складчатый фильтр – круглый лист фильтровальной бумаги, сложенный «гармошкой» так, чтобы его площадь поверхности соприкосновения с жидкостью была максимальной. Часто такое фильтрование проводят с горячим раствором, в этом случае воронку непосредственно перед выполнением операции нужно разогреть в сушильном шкафу.

**Капельная и делительная воронка** (Т) предназначены соответственно для введения в реакционную среду жидких реактивов небольшими порциями или для разделения несмешивающихся жидкостей. При их сушке в сушильном шкафу (как и в случае любой другой посуды с краном) необходимо вынимать кран и смывать органическим растворителем следы смазки с поверхности, которая с ним соприкасалась.

**Бюкс** (Тк) предназначен для взвешивания, а иногда и хранения жидких и твердых веществ. Несмотря на то, что бюксы относятся к тонкостенной посуде, нагревать их не рекомендуется.

**Холодильник Либиха**, или **прямой холодильник** (Тк) используется при перегонке жидкостей, как правило, в сочетании с колбой Вюрца, для охлаждения и конденсации паров, образующихся при перегонке. Сконденсированные пары попадают в приемник через алонж.

**Алонж** (Тк) применяется при перегонке для соединения холодильника с сосудом-приемником, роль которого играет колба или, реже, химический стакан.

**Кристаллизатор** (Т, П) предназначен для получения кристаллов веществ из насыщенных растворов. Для этой цели кристаллизатор заполняют

охлаждающей смесью (обычно льдом или его смесью с различными солями) используются для собирания газов над водой.

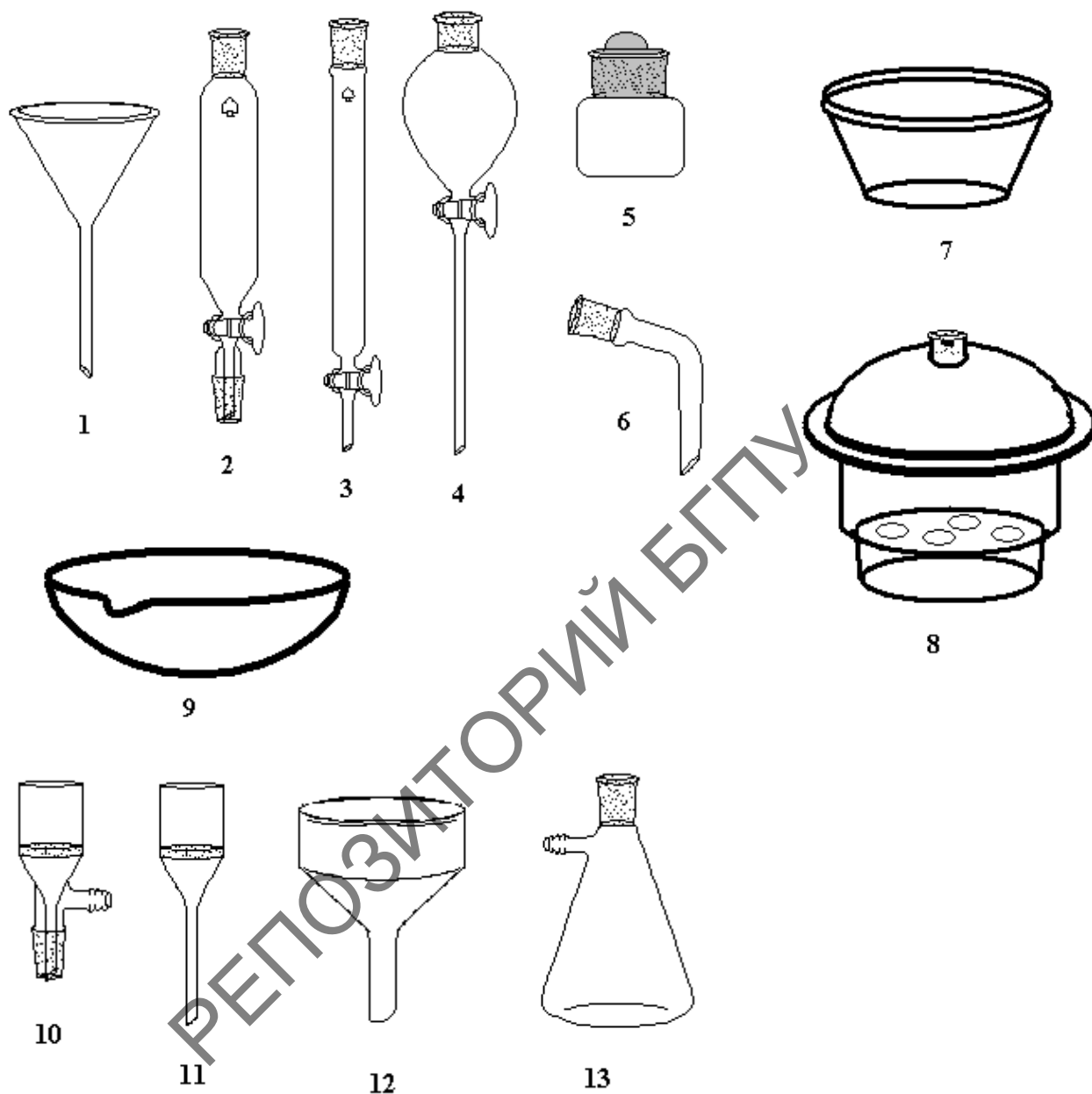


Рис. 2.3. Посуда для выделения и очистки веществ

1 – химическая воронка, 2, 3 – делительные воронки, 4 – капельная воронка, 5 – бюкс, 6 – алонж, 7 – кристаллизатор, 8 – эксикатор, 9 – фарфоровая чашка, 10, 11 – фильтры Шотта, 12 – воронка Бюхнера, 13 – колба Бунзена

**Эксикатор** (Т) применяют для хранения и высушивания веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Нижнюю часть эксикатора заполняют водопоглощающим веществом (прокаленный хлорид кальция, концентрированная серная кислота, оксид фосфора (V) и др.). Над поглотителями на фарфоровом вкладыше помещают бюксы или тигли с веществами, подлежащими осушению.

**Фарфоровая чашка** (Тк, К) используется для упаривания и выпаривания растворов, в том числе и на открытом пламени. Измельчать в ней твердые вещества, как в ступке, недопустимо, так как ее стенки слишком тонкие и чаще всего трескаются при большом усилии.

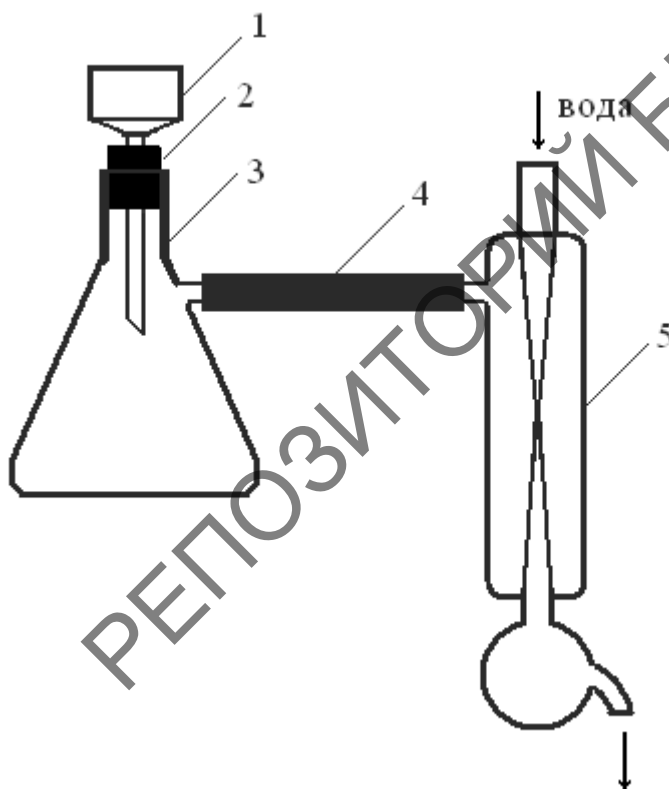


Рис. 2.4. Прибор для фильтрации при пониженном давлении.

1 – воронка Бюхнера или фильтр Шотта, 2 – резиновая пробка, 3 – колба Бунзена, 4 – соединительный резиновый шланг, 5 – водоструйный насос.

**Воронка Бюхнера** (Т) представляет собой фарфоровую воронку с широкими отверстиями, предназначенную для фильтрации растворов при пониженном давлении. При фильтрации на ее дно помещается кружок

фильтровальной бумаги размером чуть меньше внутреннего диаметра воронки, но полностью закрывающий все отверстия в дне.

**Фильтр Шотта (Т)**, или **стеклянный фильтр**, предназначен для тех же целей, что и воронка Бюхнера. Фильтрация производится через пористую стеклянную пластинку, которая может иметь различный диаметр пор, обозначающийся (в порядке увеличения) маркировкой 16, 40, 100 и 160. Обычно на дно фильтра Шотта при фильтрации дополнительно помещают кружок фильтровальной бумаги для более легкого отделения осадка от фильтра. Фильтры Шотта нельзя сушить при температуре более 90–100°C, так как они могут треснуть в месте соединения фильтрующей пластинки с воронкой из-за неравномерного теплового расширения.

**Колба Бунзена (Т, П)** предназначена для фильтрации в нее жидкости под пониженным давлением с использованием воронки Бюхнера или фильтра Шотта (см. рис. 2.4). К боковому отводу колбы Бунзена присоединяется шланг водоструйного насоса, при открытии крана в колбе возникает разрежение, ускоряющее процесс фильтрации. Чтобы прекратить фильтрацию, не следует сразу выключать водоструйный насос, так как при этом воду может перебросить в колбу. Необходимо сначала осторожно отсоединить шланг от системы или снять воронку (фильтр Шотта), а уже затем закрыть кран насоса.

**Клапан Бунзена** – устройство, служащее для предохранения реакционной смеси от излишнего контакта с газами атмосферы, обычно кислородом или углекислым газом. Представляет собой пробку с вставленной в нее стеклянной трубкой, к которой присоединен отрезок резиновой трубки, закрытый с другого конца. На резиновой трубке имеется небольшой продольный разрез, который позволяет газам, образующимся при реакции, свободно выходить в атмосферу, в то же время значительно замедляя диффузию атмосферных газов внутрь реакционного сосуда (колбы, пробирки и т.д.).

## **2.3. Некоторые методы и приемы работы**

### **2.3.1. Промывка осадка методом декантации**

В неорганическом синтезе часто возникает необходимость промывки вещества, выпавшего в осадок, чтобы освободить его от растворимых примесей. При этом можно использовать фильтрование, но для тяжелых, плотных кристаллических осадков часто применяется другой метод – декантация. Суть его в том, что к осадку приливают порцию дистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться, а затем жидкость над осадком аккуратно сливают, стараясь не потерять часть осадка вместе с ней. Операцию многократно повторяют, до тех пор, пока в жидкости над осадком не будут отсутствовать растворенные примеси. Критерием при этом служит качественная реакция на один из примесных ионов. Например, если проводилось осаждение сульфата бария действием серной кислоты на хлорид бария, то в растворе над осадком будут присутствовать хлорид-ионы и избыток сульфат-ионов. Поэтому необходимо после каждой промывки проверять слитую жидкость на предмет наличия в ней тех или других ионов, пока качественная реакция не будет давать отрицательный результат.

### **2.3.2. Центрифугирование**

Если осадок очень мелкокристаллический или имеет аморфную структуру (как, к примеру, большинство нерастворимых гидроксидов), его целесообразно отделять от раствора центрифугированием. Для этого раствор вместе с осадком переливают в центрифужную пробирку, смывая остатки вещества со стенок сосуда дистиллированной водой. Если полностью жидкость в одну пробирку не помещается, используют две или более пробирки, равномерно размещая их по окружности центрифуги. Если пробирка одна, то для равновесия вторую пробирку заполняют водой до того же уровня и помещают в центрифугу напротив первой. *(Это обязательно нужно сделать, так как при неравномерной загрузке центрифуги очень*

вероятна ее поломка или даже несчастный случай!) Затем центрифугу закрывают и включают на 1-2 минуты на скорости 2000 – 3000 об/мин. (Центрифугу включает ТОЛЬКО преподаватель или лаборант!) После этого жидкость над осадком сливают, а к осадку прибавляют дистиллированную воду того же объема, хорошо перемешивают и вновь проводят центрифугирование. Эти операции повторяют до тех пор, пока в жидкости над осадком не перестанут обнаруживаться посторонние ионы. Например, при осаждении какого-либо гидроксида действием щелочи следует каждый раз выполнять пробу на гидроксид-ионы с помощью индикаторной бумаги и продолжать центрифугирование до нейтральной реакции (обычно для этого требуется 3-4 промывки).

### 2.3.3. Перекристаллизация

Одним из основных методов очистки веществ в неорганическом синтезе является метод перекристаллизации. Он основан на зависимости растворимости веществ от температуры. При близких значениях растворимости основного вещества и примесей перекристаллизацией в один этап можно очищать лишь соединения, содержащие относительно небольшое количество примесей. Общая схема процесса для неорганических солей и других растворимых ионных соединений заключается в следующем:

Проведя предварительный расчет, при повышенной температуре (обычно около 90 – 100°C) готовят водный раствор вещества, который будет насыщенным при 60—70°C. Не допуская охлаждения раствора, фильтруют его через складчатый фильтр для удаления механических примесей (*горячее фильтрование*). Охлаждают до более низкой температуры (комнатной или ниже). Иногда после этого прибавляют реагент для высаливания (снижения растворимости путем добавления общего иона) или органический растворитель, в котором растворимость данной соли низка.

Выделившиеся кристаллы вещества выдерживают некоторое время при пониженной температуре для полного отделения и отфильтровывают при

пониженном давлении на воронке Бюхнера или с использованием фильтра Шотта. Промывают осадок на фильтре, используя для этого небольшое количество чистой ледяной воды или смесь ледяной воды с органическим растворителем, а затем чистый органический растворитель, обычно этанол. Высушивают полученные кристаллы подходящим методом, взвешивают и определяют выход в %.

Расчет проводится исходя из справочных данных по растворимости вещества. При этом надо иметь в виду, что растворимость в справочниках приводится в г на 100 г *растворителя* (а не раствора!). Обычно для расчета используют данные по растворимости при 60—70°C, а воду для перекристаллизации нагревают до 90 – 100°C, чтобы остывание раствора, неизбежное при горячем фильтровании, не привело к кристаллизации вещества на воронке.

Для горячего фильтрования небольших количеств раствора используется воронка с обрезанным носиком. Ее предварительно разогревают в сушильном шкафу, вкладывают складчатый фильтр, предварительно изготовленный из фильтровальной бумаги, и *быстро* проводят операцию фильтрования. Профильтрованный раствор (*фильтрат*) закрывают листом бумаги, чашкой Петри или часовым стеклом.

Охлаждение фильтрата проводится в кристаллизаторе, заполненном ледяной водой или смесью льда с солью. Если после остывания раствора кристаллы не выделяются, кристаллизацию ускоряют трением стеклянной палочки о стенки сосуда или добавлением *затравки* – маленького кристаллика очищаемого вещества, служащего центром кристаллизации.

Выпавшие кристаллы вместе с раствором (который называется *маточным*) переносят на фильтр как можно полнее при помощи стеклянной палочки и включают водоструйный насос. Фильтрование проводят до прекращения образования капель раствора на носике фильтра (или воронки Бюхнера), затем водоструйный насос отсоединяют и к осадку на фильтре

приливают охлажденную смесь для промывания (обычно для этих целей используется смесь воды со спиртом или ацетоном, содержащая 20—80% органического растворителя по объему), после чего вновь подключают насос. Промывка водно-органической смесью необходима для того, чтобы удалить следы маточного раствора, обогащенного примесями. Заключительную промывку для лучшего удаления остаточной влаги и более быстрой сушки проводят чистым органическим растворителем.

Способ сушки вещества зависит от его природы. Термически устойчивые вещества можно сушить в сушильном шкафу; менее стойкие – на воздухе при комнатной температуре либо в эксикаторе над водоотнимающим средством, при нормальном или пониженном давлении; самые неустойчивые, в частности, многие кристаллогидраты, – отжимая их между листами фильтровальной бумаги.

**Пример проведения расчета:** необходимо очистить **10,0** г вещества, растворимость которого составляет **7,0** г на 100 г воды при  $0^{\circ}\text{C}$  и **25,0** г на 100 г воды при  $70^{\circ}\text{C}$ . Необходимое количество воды для приготовления насыщенного при  $70^{\circ}\text{C}$  раствора составляет:

На 25,0 г требуется 100 г воды

На 10,0 г требуется  $x$  г воды, откуда  $x = 40,0$  г.

При охлаждении до  $0^{\circ}\text{C}$  в растворе останется:

7,0 г – при использовании 100 г воды;

$y$  г – при использовании 40,0 г воды, откуда  $y = 2,80$  г

Теоретический выход (ТВ) вещества составляет  $10,0 - 2,80 = 7,20$  г.

Если реально было выделено  $z$  г, то практический выход составляет:

$$(z/\text{ТВ}) \cdot 100\% = (z/7,20) \cdot 100\%.$$

*При расчете с участием кристаллогидратов необходимо иметь в виду, что все данные в справочниках приводятся в расчете на безводную соль и*



что массу кристаллизационной воды необходимо учитывать при подсчете массы растворителя!

### Пример 1. Очистка нитрата калия

**Реактивы:** нитрат калия, загрязненный нерастворимыми примесями и солями магния, вода дистиллированная, спирт этиловый или ацетон, карбонат натрия (10% раствор).

**Оборудование:** стакан химический на 50мл (2 шт.), пипетка, фильтровальная бумага, воронка для горячего фильтрования, стеклянная палочка, кристаллизатор с ледяной водой, воронка Бюхнера, стеклянный фильтр.

**Цель работы:** Очистка нитрата калия от нерастворимых и растворимых примесей, определение выхода продукта.

Данные по растворимости нитрата калия, г/100 г воды:

T, °C	0	10	20	25	30	40	60	80	100
Растворимость	13,1	21,2	31,6	37,9	46,0	63,9	110,1	168,8	243,6

Получите у преподавателя задание (массу очищаемого вещества) и рассчитайте необходимое количество воды и теоретический выход продукта, приняв, что приготавливается раствор, насыщенный при 60°C, а охлаждение проводится до 0°C. Покажите расчет преподавателю.

Приготовьте раствор загрязненной соли в соответствующем количестве кипящей дистиллированной воды и проведите горячее фильтрование. Фильтрат охладите, выпавший осадок промойте 10 мл охлажденной смеси этанол-вода или ацетон-вода (1:1), а затем чистого этанола или ацетона. Полученные кристаллы высушите на воздухе и проведите тест на полноту очистки от солей магния, для чего в пробирке растворите 0,1 г полученного продукта в 1 мл дистиллированной воды и добавьте 1 мл 10% раствора

карбоната натрия (**опыт делается в присутствии преподавателя!**). Отсутствие помутнения указывает на чистоту продукта. Рассчитайте выход вещества в % от теоретического.

Заполните таблицу:

Очищаемое вещество	m загрязн. образца, г	V воды, мл	m очищенного образца, г		Выход, %
			теоретическая	практическая	

### **Пример 2. Очистка гидрокарбоната натрия с осаждением органическим растворителем**

Не всегда перекристаллизацию удастся провести путем приготовления раствора вещества при повышенной температуре. Один из способов перекристаллизации неустойчивых к нагреванию солей, заключается в том, что насыщенный водный раствор готовят при комнатной или чуть более высокой температуре, а затем охлаждают до 0°C и осаждают растворенное вещество добавлением органического растворителя.

**Реактивы:** гидрокарбонат натрия, вода дистиллированная, спирт этиловый или ацетон.

**Оборудование:** стакан химический на 50мл (2 шт.), пипетка, фильтровальная бумага, воронка для горячего фильтрования, стеклянная палочка, капельная воронка, кристаллизатор с ледяной водой, аппарат Киппа, заряженный мрамором и соляной кислотой, воронка Бюхнера, стеклянный фильтр.

**Цель работы:** Очистка гидрокарбоната натрия от нерастворимых и растворимых примесей, определение выхода продукта.

Данные по растворимости гидрокарбоната натрия, г/100 г воды:

Т, °С	0	10	20	25	30	40	60	80	100
Растворимость	6,9	8,2	9,6	10,4	11,1	12,7	110,1	168,8	243,6

Получите у преподавателя задание (массу очищаемого вещества) и рассчитайте необходимое количество воды, приняв, что приготавливается раствор, насыщенный при 20°C. Запишите уравнение реакции, которая может произойти с гидрокарбонатом натрия при повышенной температуре. Покажите расчет и уравнение реакции преподавателю.

Приготовьте раствор, профильтруйте его и по каплям, при постоянном перемешивании палочкой, добавьте из капельной воронки или из пипетки (по каплям) 10 мл органического растворителя. Смесь охладите в кристаллизаторе с ледяной водой до прекращения выделения осадка. Выпавший осадок отфильтруйте на стеклянном фильтре, промойте 10 мл охлажденной смеси этанол-вода или ацетон-вода (1:1), а затем чистого этанола или ацетона. Полученные кристаллы высушите на воздухе.

Заполните таблицу (выход рассчитайте в % к исходной массе вещества).

Очищаемое вещество	m загрязн. образца, г	V воды, мл	m очищ. образца, г	Выход, %

УДК

ББК

М

Печатается по решению редакционно-издательского совета БГПУ, рекомендована секцией естественных и сельскохозяйственных наук (протокол № от)

Рецензенты: кандидат химических наук, доцент кафедры аналитической химии БГУ *А. П. Подтероб*; кандидат химических наук, доцент кафедры химии БГПУ *Л. С. Новиков*.

Мицкевич, Е. Н., Окаев, Е. Б., Елисеев С. Ю.

Синтезы неорганических веществ: лаборатор. практикум / Е. Н. Мицкевич, Е. Б. Окаев, С. Ю. Елисеев. – Минск: БГПУ, 2009. – С.

ISBN

В практикум включены лабораторные работы по неорганическому синтезу, предназначенные для выполнения студентами первого курса. Даются основные сведения по технике безопасности, работе с химической посудой и оборудованием, а также основных операциях, используемых в ходе синтеза. Описание каждого синтеза включает указания по безопасности работы, препаративную процедуру, методы исследования свойств полученного вещества, вопросы для допуска, а также вопросы и задания для обсуждения работы.

Адресуется студентам факультета БГПУ, обучающимся по специальности «Биология. Химия»

УДК

ББК

© Мицкевич Е. Н., Окаев Е. Б., Елисеев С. Ю., 2009

© БГПУ, 2009

ISBN

РЕПОЗИТОРИЙ БГПУ