

ПРАКТИЧЕСКИЙ ТУР

11 класс

Установление химической формулы синтезированного кристаллогидрата сульфата аммония никеля

Оборудование и реактивы

1. Пробирка с навеской $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	– 1 шт.
2. Штатив с муфтой и кольцом для закрепления воронки	– 1 шт.
3. Муфта и лапка для закрепления бюретки на штативе	– 1 шт.
4. Бюретка, 25 см ³	– 1 шт.
5. Воронка, 3 см	– 1 шт.
6. Пипетка градуированная, 10 см ³	– 2 шт.
7. Пипетка Пастера пластиковая, 3 см ³	– 1 шт.
8. Груша резиновая	– 1 шт.
9. Чашка Петри пластиковая	– 1 шт.
10. Химический стакан, 50 см ³	– 2 шт.
11. Химический стакан, 100 см ³	– 1 шт.
12. Цилиндр мерный, 25 см ³	– 1 шт.
13. Колба мерная с пробкой объемом 100 см ³	– 1 шт.
14. Колба коническая, 100 см ³	– 2 шт.
15. Воронка для фильтрования стеклянная (75 - 100 мм)	– 1 шт.
16. Колба с пробкой с аммиачным буфером, 50 см ³	– 1 шт.
17. Колба с пробкой с раствором ЭДТА, 100-150 см ³	– 1 шт.
18. Колба с пробкой с раствором MgSO_4 , 200-250 см ³	– 1 шт.
19. Ледяная баня (кристаллизатор со льдом)	– 1 шт.
20. Бумажный фильтр	– 3 шт.
21. Шпатель стеклянный	– 1 шт.
22. Промывалка с дистиллированной водой	– 1 шт.
23. Фильтровальная бумага 10x10 см	– 30 шт.
24. Салфетки бумажные	– 10 шт.
25. Перчатки одноразовые	– 1 пара
26. Защитные очки	– 1 шт.

Оборудование и реактивы общего пользования:

- 27. Плитка электрическая (1 на 2 участников)
- 28. Эриохром черный Т (1 на 4-5 участников)
- 29. Сульфат аммония, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$
- 30. Весы электронные (0,01 г)
- 31. Весы электронные (0,0001 г)
- 32. Дистиллированная вода
- 33. Раковина с проточной водой

Внимание!!! Вы обязаны выполнять необходимые требования безопасной работы с химическими реактивами и оборудованием! Не выполняйте посторонних действий, не относящихся к методике работы! Перед выполнением работы Вы обязаны надеть химический халат и защитные очки. Вы не должны общаться с другими участниками олимпиады. Нарушение данных требований является основанием для дисквалификации.

***Запишите в лист ответов номер Вашего варианта задания
(указан на пробирке с навеской $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)***

Вам необходимо синтезировать гидрат сульфата аммония никеля. В этой соли количество молекул воды на одну структурную единицу соли может варьироваться от 3 до 12. С помощью титриметрического определения содержания никеля в навеске синтезированной соли Вам необходимо будет установить количество кристаллизационной воды в сульфате аммония никеля.

1. Синтез гидрата сульфата аммония никеля

На Вашем рабочем месте находится пробирка с номером варианта, в которой содержится навеска гептагидрата сульфата никеля $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

1. Приготовьте из **всей** выданной Вам навески $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ насыщенный при 20 °С раствор. Добейтесь полного растворения вещества.
2. Приготовьте необходимое для реакции количество насыщенного при 20 °С раствора сульфата аммония. Также добейтесь полного растворения вещества.
3. К приготовленному насыщенному раствору сульфата аммония аккуратно прилейте приготовленный насыщенный раствор сульфата никеля.
4. Химический стакан с полученной смесью поставьте на электрическую плитку

и доведите смесь растворов до кипения.

5. После того, как смесь растворов закипит, аккуратно снимите стакан с электрической плитки и оставьте его охлаждаться на воздухе до температуры около 30-40 °С.

6. Пока смесь охлаждается, подготовьте ледяную баню. Обратитесь к сопровождающему практический тур за льдом. Добавьте лед в кристаллизатор с небольшим количеством холодной проточной воды. Когда температура раствора, содержащего синтезируемое вещество, опустится до 30-40 °С, аккуратно поместите стакан с раствором в ледяную баню. Следите, чтобы водно-ледяной смеси в кристаллизаторе было не слишком много, т.к. ее большое количество сделает стакан неустойчивым, и он сможет опрокинуться. Уровень охлаждающей смеси в ледяной бане должен быть чуть выше, чем уровень жидкости в стакане. Не готовьте ледяную баню заранее, поскольку лед растает и охлаждение реакционной смеси будет неэффективным. Не размещайте ледяную баню вблизи нагретой электрической плитки.

7. Оставьте стакан с реакционной смесью в ледяной бане не менее, чем на 10-15 минут.

8. Пока раствор охлаждается, подготовьте воронку для фильтрования. По прошествии необходимого для охлаждения времени перемешайте выпавшие из раствора кристаллы стеклянным шпателем. Отфильтруйте выпавшие кристаллы на бумажном фильтре.

9. Тщательно высушите отделенные кристаллы между листами фильтровальной бумаги (наденьте при этом перчатки). Для этого перенесите отделенные влажные кристаллы с бумажного фильтра в чашку Петри. Промокните кристаллы фильтровальной бумагой. Отделите стеклянным шпателем кристаллы, оставшиеся на фильтровальной бумаге, обратно в чашку Петри. Высушивание полученного вещества продолжайте до тех пор, пока при сильном нажиме листа сухой фильтровальной бумаги на кристаллы на бумаге не остается влажный след. Высушенное вещество становится рассыпчатым, комки кристаллов легко рассыпаются при нажатии на них шпателем. Добейтесь полного высушивания вещества, поскольку это определит точность последующего количественного анализа.

10. Взвесьте синтезированное высушенное вещество. Взвешивание проводите в следующем порядке. На весы поместите чистую сухую чашку Петри. Обнулите показания весов. Перенесите синтезированное Вами вещество на чашку Петри. Взвешивание проводите в присутствии лица, сопровождающего экспериментальный тур в Вашей лаборатории. Сразу же внесите показания весов в Ваш лист ответов. Укажите

в листе ответов цвет синтезированного Вами вещества. Попросите сопровождающего тур поставить подписи в Вашем листе ответов в соответствующих полях. Ответы без подписи сопровождающего засчитываться не будут. При необходимости внесения исправлений в массу или цвет вещества попросите сопровождающего поставить подпись повторно.

2. Анализ состава синтезированного вещества

На электронных весах с точностью до 0,0001 г на чашке Петри взвесьте около 0,35 г сухого синтезированного гидрата сульфата аммония никеля. Точную массу навески (до десятитысячных) внесите в лист ответов. Добавьте в мерную колбу объемом 100 см³ небольшое количество дистиллированной воды – около 30-40 см³. Количественно перенесите навеску синтезированного вещества в мерную колбу. Полностью растворите в этом количестве воды все вещество. Доведите объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Закройте колбу пробкой и тщательно перемешайте раствор, переворачивая колбу несколько раз вверх дном (при этом будьте аккуратны, обязательно придерживайте пробку).

Отберите в коническую колбу с помощью градуированной пипетки аликвоту в 10,0 см³ приготовленного раствора. Добавьте к ней, используя пипетку Пастера, 2 см³ аммиачного буфера. После этого, добавьте в коническую колбу 20,0 см³ раствора этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА). Раствор ЭДТА отмеряйте как можно точнее с помощью градуированной пипетки.

Заполните бюретку раствором сульфата магния. К полученному раствору в конической колбе добавьте небольшое – на кончике шпателя – количество индикатора эриохрома черного Т. Раствор окрасится в синий цвет. Тщательно перемешайте раствор, чтобы добавленный индикатор полностью растворился. Оттитруйте избыток ЭДТА раствором сульфата магния до перехода окраски титруемого раствора из синей в малиновую. Повторите титрование три раза.

Заполните все необходимые поля в листе ответов.

Синтезированное вещество оставьте на Вашем рабочем месте.