

2.2. Экспериментальная часть

2.2.1. Цель работы:

Получение соединений ванадия в различных степенях окисления. Изучение кислотно–основных и окислительно–восстановительных свойств оксидов и гидроксидов ванадия.IV).

2.2.2. Реактивы:

NH_4VO_3 (кр.), 2 М KOH, 2 М HNO_3 , иодкрахмальная индикаторная бумага, NaVO_3 (нас.), NH_4VO_3 (нас.), 6М KOH, 37% H_2O_2 , конц. H_2SO_4 , 2М H_2SO_4 , 1 М H_2SO_4 , Zn(гранулы), C_6H_6 , HCl (конц.), 1 М NaNO_2 , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (кр.),

2.2.3. Оборудование:

Штатив с пробирками, держатели для пробирок, газовые горелки, водяные бани, центрифуги,

2.2.4. Порядок выполнения эксперимента

Соединения ванадия (V)

Опыт 1. Получение оксида ванадия (V)

Опыт проводить под тягой!

Поместите ~0,5 г метаванадата аммония (NH_4VO_3) в фарфоровую чашечку и нагрейте соль при перемешивании на пламени горелки. При термическом разложении образуется оксид ванадия (V) оранжевого цвета. Полученный порошок V_2O_5 поместите в четыре пронумерованных пробирки (на кончике шпателя в каждую) и сохраните для опытов 2 и 3..

Вопросы и задания:

- 1) Опишите наблюдаемое
- 2) Напишите уравнение термического разложения NH_4VO_3

Опыт 2. Кислотно-основные свойства оксида ванадия (V)

В первую пробирку с V_2O_5 , полученным в опыте 1, прилейте несколько миллилитров дистиллированной воды. Интенсивно перемешайте содержимое пробирки, дайте отстояться и добавьте несколько капель универсального индикатора. По окраске индикатора определите pH раствора.

Во вторую пробирку прилейте 2-3 мл 2 М раствора щелочи и хорошо размешайте содержимое стеклянной палочкой, в третью прилейте 1,5-2 мл концентрированного раствора серной кислоты, Растворы хорошо перемешайте.

Вопросы и задания:

- 1) Опишите наблюдаемое
- 2) Укажите pH раствора в первой пробирке
- 3) Напишите уравнения реакций взаимодействия V_2O_5 с кислотой и щелочью.
- 4) Охарактеризуйте кислотно-основные свойства оксида ванадия (V)

Опыт 3. Окислительно-восстановительные свойства оксида ванадия (V)

В четвертую пробирку с оксидом ванадия (V) добавьте 1-1,5 мл концентрированной соляной кислоты и слегка нагрейте на пламени горелки.

Для определения свободного хлора поднесите к отверстию пробирки влажную иодкрахмальную бумажку

Вопросы и задания:

- 1) Опишите наблюдаемое

- 2) *Напишите уравнение реакции*
- 3) *Сделайте вывод об окислительно-восстановительных свойствах соединений ванадия (V).*

Опыт 4. Зависимость строения ионов ванадия (V) от pH и концентрации ванадия

В три пронумерованных пробирки внесите по 1 мл насыщенного раствора метаванадата натрия. В первую добавьте 1 мл H_2SO_4 (конц), во вторую – 1 мл 6 М KOH, третью оставьте для сравнения.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Отметьте цвета растворов*
- 3) *Рассчитайте pH растворов в каждой пробирке.*
- 4) *Напишите формулы ванадатов в каждой пробирке*

Опыт 5. Получение пероксидных соединений ванадия (V)/

В три пронумерованные пробирки налейте по 1 мл насыщенного раствора метаванадата аммония. В первую добавьте 2 мл 1 М раствора серной кислоты, во вторую 2 мл дистиллированной воды, в третью – 2 мл 6 М раствора KOH. В каждую пробирку прилейте по несколько капель 37%-ного раствора пероксида водорода. Наблюдайте за изменением цвета растворов.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Отметьте цвета растворов*
- 3) *Напишите уравнения реакций*
- 4) *Объясните, почему для получения пероксидного соединения ванадия в кислой среде нельзя использовать концентрированную кислоту?*
- 5) *Какие побочные окислительно-восстановительные реакции сопутствуют образованию пероксосоединений ванадия? Какой газ при этом выделяется?*

Соединения ванадия (IV)

Опыт 6. Получение соединений ванадия (IV)

В пробирку с ~1,5 мл насыщенного раствора ванадата натрия добавьте кристаллы щавелевой кислоты (~1 шпатель). Нагрейте на водяной бане и наблюдайте за изменением цвета раствора.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое. Отметьте цвет раствора до и после добавления щавелевой кислоты.*
- 2) *Напишите уравнение реакции*
- 3) *Укажите окислитель и восстановитель*

Опыт 7. Получение и кислотно основные свойства гидроксида ванадия (IV)

К синему раствору, полученному в опыте 6, осторожно по каплям добавьте 2 М раствор щелочи до выпадения желтого осадка гидроксида оксованадия (IV). Разделите осадок на две пробирки и отцентрифугируйте его.

В первую пробирку при перемешивании добавьте несколько мл 2 М раствора серной кислоты до полного растворения осадка.

Во вторую – несколько капель 2 М раствора щелочи. Перемешайте содержимое пробирки и наблюдайте растворение осадка.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Напишите уравнения реакций*

- 3) *Сделайте вывод о кислотно-основных свойствах соединений ванадия (IV).*

Соединения ванадия (III)

Опыт 8. Получение соединений ванадия (III)

К 0,5 мл насыщенного раствора ванадата натрия добавьте 2-3 капли 2 М раствора серной кислоты и несколько капель нитрита натрия.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Напишите уравнение реакции*

Опыт 9. Получение и кислотно-основные свойства гидроксида ванадия (III)

К зеленому раствору, полученному в опыте 8, по каплям добавляйте 2 М раствор щелочи до выпадения коричнево-зеленого осадка гидроксида ванадия (III).

Разделите получившийся осадок по двум пронумерованным пробиркам и отцентрифугируйте его.

В первую пробирку прилейте ~ 1 мл 2 М раствора серной кислоты и перемешайте до полного растворения осадка. Во вторую — добавьте ~ 1 мл 6 М раствора щелочи. Перемешайте.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Напишите уравнения реакций*
- 3) *Отметьте кислотно-основных свойства гидроксида ванадия (III).*

Соединения ванадия (II)

Опыт 10. Получение соединений ванадия (II)

В коническую колбу на 100 мл налейте ~30 мл 2 М серной кислоты, внесите 5-6 гранул цинка, подождите 2-3 мин., пока не начнется активное выделение водорода, и влейте ~15 мл насыщенного раствора ванадата натрия. Отметьте последовательное изменение окраски раствора от желтой до фиолетовой. Фиолетовый раствор, содержащий соль ванадия (II) оставьте для опыта 11.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Напишите уравнения реакций, соответствующих цепочке превращений в данном опыте $\text{VO}_3^- \rightarrow \text{VO}_2^+ \rightarrow \text{VO}^{2+} \rightarrow \text{V}^{3+} \rightarrow \text{V}^{2+}$.*
- 3) *Укажите, каким соединениям ванадия соответствуют: желтая, синяя, зеленая и фиолетовая окраска раствора.*

Опыт 11. Получение и кислотно-основные свойства гидроксида ванадия (II)

Отлейте в пробирку 1-2 мл фиолетового раствора полученного в опыте 10. Затем прилейте по каплям 2 М раствор щелочи до выпадения коричневого осадка гидроксида ванадия (II).

Разделите получившийся осадок по двум пробиркам и отцентрифугируйте его.

В одну пробирку прилейте ~ 1 мл 2 М раствора серной кислоты. Перемешайте содержимое пробирки. В другую пробирку добавьте ~ 1 мл 6 М раствора щелочи. Перемешайте.

Вопросы и задания:

- 1) *Опишите наблюдаемое*
- 2) *Напишите уравнения реакций*
- 3) *Отметьте кислотно-основных свойства гидроксида ванадия (II).*

2.2.5. Что должен представить студент преподавателю для сдачи работы:

1. Описания наблюдений в выполненных опытах и пояснения к ним.
2. Ответы на вопросы к опытам.
3. Уравнения реакций с указанием цвета растворов и осадков исходных веществ и продуктов реакций (при подборе коэффициентов в окислительно–восстановительных реакциях должен быть использован метод электронно–ионного баланса).

2.3. Задачи.

1. Пользуясь данными рис. 2.1, напишите в сокращенном ионно-молекулярном виде уравнения реакций, проходящих при добавлении кислоты (от pH = 14 до pH = 1) к ортованадату натрия со значением а) –lg[V]общ. = 5; б) –lg[V]общ. = 1
2. Рассчитайте значение pH 0,1 М раствора ортованадата натрия (поликонденсацией иона можно пренебречь).
3. Закончите следующие схемы реакций, уравняйте их методом электронно-ионного баланса:
 - 1) $V_2O_5 + HCl(конц.) \rightarrow$
 - 2) $VO_2Cl + KNO_2 + H_2SO_4 \rightarrow$
 - 3) $VO_2Cl + H_2C_2O_4 \rightarrow$
 - 4) $VCl_3 + O_2 + H_2SO_4 \rightarrow$
 - 5) $VSO_4 + O_2 + H_2SO_4 \rightarrow$
 - 6) $VSO_4 + H_2O \rightarrow$
4. Рассчитайте ЭДС этих процессов при стандартных условиях, считая, что все вещества находятся в стандартном состоянии.